Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

179. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 1 TEXTABBILDUNG

(ABGESCHLOSSEN AM 21. MÄRZ 1961)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1961

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann, und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskriptes und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901; Fernschreibnummer 04-61723
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301; Fernschreibnummer 01-83319

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 179 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Stužka, V., J. Kvapil und M. Kuraš, Über die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe. XI. Mitteilung 401

Eisenbrand, J., und M. Raisch, Beiträge zur Fluorimetrie. VII. Die Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat in wäßrigen Lösungen durch Halogenionen in ihrer Abhängigkeit von der Salzkonzentration 406

Geyer, R., und K. Chojnacki, Dimethylgelb als Adsorptionsindicator zur indirekten Kaliumbestimmung mit Tetraphenyloborat 409

Urban, P. J., Colorimetry of Sulphur Anions. Part I. An improved colorimetric Method for the Determination of Thiosulphate 415

Urban, P. J., Colorimetry of Sulphur Anions. Part II. A specific colorimetric Method for the Determination of Trithionate 422

Pastuska, G., Untersuchungen über die qualitative und quantitative Bestimmung der Zucker mit Hilfe der Kieselgelschicht-Chromatographie. II. Mitteilung . . 427

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Chemischen Institut der Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Palacký-Universität Olomouc (Tschechoslowakei)

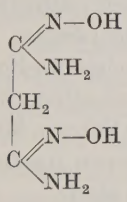
Über die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe

XI. Mitteilung*

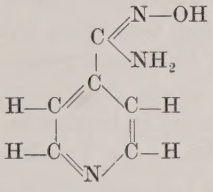
Von
V. Stužka, J. Kvapil und M. Kuraš

(Eingegangen am 11. November 1960)

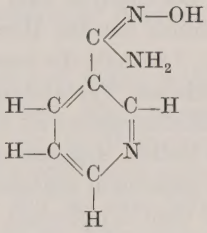
Als weiteren Beitrag zum systematischen Studium der analytischen Reaktionen der Amidoxime haben wir die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe $-C(=N-OH)-NH_2$ verfolgt und einige Schlüsse über die Bildung von Salzen gezogen. Es wurden Salze der Verbindungen Malonsäure-bis-amidoxim (I), Isonicotinsäure-amidoxim (II) und Nicotinsäure-amidoxim (III) isoliert.



I



II



III

Versuche und Ergebnisse

Reagentien. Als Ausgangsmaterialien für die Herstellung der Amidoxime dienten die Nitrile der diesbezüglichen Säuren. Malonsäure-bis-amidoxim (FP 164°C) wurde nach Schmidtmann[6], Isonicotinsäure-amidoxim (FP 192° C) nach Spassov u. Golovinski[7], Nicotinsäure-amidoxim (FP 128° C) nach Michaelis[4], p-Nitrobenzamidoxim (FP 169° C) nach Weise[8], N-Phenylbenzamidoxim (FP 138° C) nach Werner u. Herberger[9], N,N'-Diäthylbenzamidoxim (FP 176° C) nach Mollin u. Kašpárek[5] gewonnen.

Reaktionen der Amidoxime mit Metallionen. Die Reaktionen wurden mit 0,1 n wäßrigen Metallsalzlösungen und 0,5—1%igen wäßrigen Lösungen der Reagentien durchgeführt. In neutralem oder schwach

* IX. Mitteilung: Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 1720 (1959). — X. Mitteilung: Collect. czechoslov. chem. Commun. (im Druck).

ammoniakalischem Medium geben die Amidoxime mit zahlreichen Ionen Niederschläge oder gefärbte Lösungen. Tab. 1 enthält eine Übersicht über die reagierenden Ionen.

Tabelle 1. *Reaktionen von Amidoximen mit Metallionen*

Reagens	Ionen, die Fällungs- oder Farbreaktionen geben	
	in neutralem Medium	in ammoniakalischem Medium
Malonsäure-bis-amidoxim	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+}, UO_2^{2+}	Ag^+, Pb^{2+}, Cd^{2+}, Ni^{2+}
Isonicotinsäure-amidoxim	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Fe^{3+}, UO_2^{2+}	Ag^+, Ni^{2+}, Pd^{2+}
Nicotinsäure-amidoxim	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Fe^{3+}, UO_2^{2+}	Ag^+, Ni^{2+}, Pd^{2+}
p-Nitrobenzamidoxim	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Fe^{3+}, UO_2^{2+}	Ag^+, Ni^{2+}, Pd^{2+}, Co^{2+}
N-Phenylbenzamidoxim	Hg^{2+}, Cu^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, UO_2^{2+}	Ag^+
N,N′-Diäthylbenzamidoxim	Hg^{2+}	—

Herstellung, Zusammensetzung und Eigenschaften der Salze. Die Salze schieden sich beim Mischen der äquimolaren Mengen von Reagens und Metallsalz aus wäßrigem oder alkoholischem Medium ab, nachdem man die Lösungen mit verdünntem Ammoniumhydroxid auf p_H 5,5—7,0 gebracht hatte. Die Niederschläge wurden abgesaugt, mit Wasser, Äthanol und endlich mit Äther gewaschen; ihre Zusammensetzung wurde nach Trocknung an der Luft festgestellt. Die Verbindungen erwiesen sich auf Grund der Analyse zum Teil als Hydroxysalze, zum Teil enthielten sie die Anionen der zur Herstellung benutzten anorganischen Salze.

Tab. 2 enthält die aus den Analysenergebnissen berechneten Formeln der isolierten Verbindungen sowie einige ihrer Eigenschaften. Zu den Löslichkeitsangaben ist ergänzend zu bemerken, daß alle Salze in Mineralsäuren löslich, dagegen mit den in der Tabelle angegebenen Ausnahmen in den geläufigen organischen Lösungsmitteln unlöslich sind.

Bei dem Kupfersalz $C_3H_8N_4O_2CuCl_2$ von Malonsäure-bis-amidoxim, das aus 75%igem Äthanol ausfiel, handelt es sich wahrscheinlich um einen ähnlichen Salztyp wie bei der von Dubský u. Okáč[2] aus Oxalsäure-bis-amidoxim dargestellten Verbindung.

Außer den in Tab. 2 angegebenen Verbindungen wurden auch Cu-, Pd-, Hg- und Cd-Salze des Nicotinsäureamidoxims isoliert, bei denen durch die Bestimmung des Stickstoff-, Metall-, Chlor- und Wassergehaltes eine ähnliche Zusammensetzung wie bei den Verbindungen des Isonicotinsäureamidoxims festgestellt wurde.

Diskussion

Die Amidoxime $R-C\begin{matrix}=NOH\\ -NH_2\end{matrix}$ enthalten zwei analytisch funktionelle Gruppen. Je nach dem Medium, in dem die Reaktion verläuft, kann sich an der Bindung entweder die =N—OH-Gruppe oder die

—NH_2-Gruppe, oder es können sich beide Gruppen gleichzeitig beteiligen; das letzte dürfte meist der Fall sein. In alkalischem Medium, in welchem eine leichtere Protonabspaltung der Oximgruppe vor sich geht, ist meist das Metallion in Hauptvalenz über ein Sauerstoffatom der Oximgruppe und in Nebenvalenz direkt an ein Stickstoffatom der Amidgruppe gebunden. In saurem Medium versagt die Reaktion der Amidoxime. Nur Amidoxime, deren R-Gruppe Pyridyl ist, bilden in schwach saurem Medium Salze. Hier kommt es jedoch nicht zu einer Bindung der Metallionen mit der Amidoximgruppe, sondern wahrscheinlich zu einer Koordinationsbildung des Metallions mit dem Stickstoffatom im Pyridinkern.

Zur Abstumpfung der bei der Umsetzung der Amidoxime mit Metallsalzen auftretenden sauren Reaktion haben wir stets verdünntes Ammoniak verwendet. Wird die Reaktion in wäßrigem Medium durchgeführt, entsteht gewöhnlich ein Hydroxysalz, in alkoholischem oder wäßrig-alkoholischem Medium kann dagegen auch ein Salz entstehen, das ein Anion des benützten anorganischen Salzes enthält.

Bei Oxalsäure-bis-amidoxim (Oxalendiamiddioxim) haben Dubský u. Okáč[2] Salze sowohl aus saurem, als auch alkalischem Medium isoliert. Nach Angabe dieser Autoren ist das Metallatom hier entweder nur mit beiden Oximgruppen in alkalischer Lösung oder nur mit beiden Amidgruppen in saurer Lösung gebunden. Eine gleichzeitige Bindung an die Oxim- und Amidgruppe findet nicht statt.

Bei dem Malonsäure-bis-amidoxim entstehen nur Salze, welche Anionen der benützten anorganischen Salze enthalten. Nach unserer Ansicht ist hier das Metallatom in Hauptvalenz an die Oximgruppe, in Nebenvalenz an die Amidgruppe gebunden. Das Anion des anorganischen Salzes ist direkt an das Metallatom gebunden. Nur bei dem Kupfersalz ist das Metallion durch zwei Nebenvalenzen an die Amidgruppen und durch Hauptvalenzen an Chloridionen gebunden.

Das Radikal R in dem Amidoxim hat auch einen Einfluß auf die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe. Besonders deutlich zeigt sich dies bei den Reaktionen mit Ni^{2+}-Ionen. Wenn R ein Alkyl ist, entstehen in Gegenwart von verdünntem Ammoniumhydroxid dunkelgrüne Niederschläge. Ist dagegen die Amidoximgruppe an einen aromatischen Kern gebunden, sind die Niederschläge lichtgrün gefärbt; in Gegenwart von Wasserstoffperoxid und verdünntem Ammoniumhydroxid, am besten in Äthanolmedium scheidet sich nach gewisser Zeit ein roter bis violetter kristallischer Niederschlag aus, dessen Konstitution noch nicht genügend geklärt ist[1].

Der Einfluß des Radikals äußert sich auch bei Reaktionen mit Pd^{2+}-Ionen. Wenn R ein aliphatisches Radikal ist, tritt keine Reaktion ein, bei aromatischem oder heterocyclischem Radikal entsteht dagegen

Tabelle 2

Amidoxim	Salze: Formel (Mol-Gew.)	Zusammensetzung	berechnet	gefunden	Zersetzungspunkt °C	Farbe	Außer in Mineralsäuren löslich in	Bemerkungen
Malonsäure-bis-amidoxim	$C_3H_6N_4O_2Ag_2$ (345,87)	% N % Ag	16,20 62,38	15,93 62,69	178	Gelb, färbt sich am Lichtschwarz	Ammoniak	
	$C_3H_6N_4O_2Cd_2Cl_2$ (425,85)	% N % Cd % Cl	13,19 52,84 16,65	12,85 52,77 16,97	315	Weiß	Konz. Ammoniak	
	$C_3H_6N_4O_2Pb_2(NO_3)_2$* (668,62)	% N % Pb	11,07 61,98	10,96 62,30	238	Gelblich-weiß	Essigsäure	
	$C_3H_6N_4O_2(HgCl)_2 \cdot HgCl_2$ (873,77)	% N % Hg % Cl	6,41 68,87 16,23	6,35 69,14 16,36	158	Gelb	Essigsäure	unlösl. in verd. Laugen, Benzol, $CHCl_3$, CCl_4
	$C_3H_6N_4O_2(HgNO_3)_2$* (655,35)	% N % Hg	12,82 61,22	12,67 61,60	176	Gelblich	Verd. Alkalilaugen	
	$C_3H_8N_4O_2CuCl_2$ (266,58)	% N % Cu % Cl_2	21,02 23,83 26,60	21,21 23,62 26,85	143	Glänzende grüne Kristalle	Wasser, Essigsäure, Pyridin	

* NO_3^- mit Diphenylamin und Nitron nachgewiesen.

Tabelle 2 (Fortsetzung)

Isonicotinsäureamidoxim	$C_6H_6N_3O$—Cu—$OH \cdot H_2O$ (234,85)	% N % Cu % H_2O	17,96 27,05 7,67	17,75 27,40 7,89	145	Bräunlichgrün	Teilw. löslich in Chloroform und Cyclohexanon
	$C_6H_6N_3O$—Pd—$OH \cdot H_2O$ (278,01)	% N % Pd % H_2O	15,17 38,38 6,48	14,93 38,66 6,17	296	Orangerot	Alkalien
	$(C_6H_7N_3O)_2HgCl_2 \cdot H_2O$ (563,82)	% N % Hg % Cl % H_2O	14,91 35,58 12,58 3,19	14,78 35,93 12,72 2,91	147	Weiß	Alkalien Wenig löslich in Cyclohexanon und Aceton
	$(C_6H_7N_3O)_2CdCl_2 \cdot H_2O$ (475,62)	% N % Cd % Cl % H_2O	17,68 23,63 14,91 3,79	17,55 23,50 15,23 3,59	358	Weiß	Alkalien

ein orangeroter Niederschlag.

Zimtsäureamidoxim[3], das ein System von konjugierten Doppelbindungen aufweist, bildet mit Ni^{2+}-Ionen in Gegenwart von verdünntem Ammoniumhydroxid einen grünen Niederschlag, der in Gegenwart von Wasserstoffperoxid nach gewisser Zeit einen violetten Farbton annimmt. Wegen der besonderen Stellung des Zimtsäureamidoxims entsteht mit Pd^{2+}-Ionen ein orangeroter Niederschlag.

Wir haben auch die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe für den Fall untersucht, daß die Wasserstoffatome der Amidgruppe stufenweise substituiert werden. Ist nur ein Wasserstoffatom substituiert, ändert sich die Reaktionsfähigkeit der Amidgruppe nicht wesentlich (vgl. N-Phenylbenzamidoxim, Tab. 1). Wenn aber beide Wasserstoffatome substituiert sind, verliert sich die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe (N,N′-Diäthylbenzamidoxim, Tab. 1).

Die beste Reaktion zum qualitativen Nach-

weis der Amidoximgruppe ist die Reaktion mit Fe^{3+}-Ionen in neutralem Medium, wobei eine braunrote Färbung entsteht. Die Reaktion hat die Empfindlichkeit pD = 4,5 bis 5,5.

Zusammenfassung

Es wurde festgestellt, daß die Mehrzahl der Amidoxime mit folgenden Ionen reagiert: Hg^{2+}, Cu^{2+}, Fe^{3+}, Co^{2+}, UO_2^{2+}, Cd^{2+}, Ag^{+}, Pb^{2+}, Pd^{2+}, Ni^{2+}. Von den Malonsäure-bis-amidoximen wurden hergestellt die Silber-, Blei-, Cadmium-, Kupfer- und zwei Quecksilbersalze, von den Amidoximen der Nicotin- und Isonicotinsäure Palladium-, Kupfer-, Cadmium- und Bleisalze. Die Salzbildungsfähigkeit der Amidoximgruppe ist vom Radikal, von den Substituenten an der Amidgruppe und vom Reagensmedium abhängig. Die braunrote Färbung mit Fe^{3+}-Ionen ist für alle Amidoxime typisch, diese Reaktion kann zum Nachweis der am Amidstickstoff nichtsubstituierten Amidoxime angewandt werden.

Literatur

[1] Bandyopadhayay, D.: J. Ind. chem. Soc. **30**, 119 (1953). — Dubský, J. V., u. M. Kuraš: Chem. Listy **24**, 464 (1930). — Dubský, J. V., M. Kuraš u. J. Trtílek: Collect. czechoslov. chem. Commun. **7**, 4 (1935). — Wieland, H., u. H. Bauer: Ber. dtsch. chem. Ges. **39**, 1480 (1906). — [2] Dubský, J. V., u. A. Okáč: Collect. czechoslov. chem. Commun. **4**, 388 (1932). — [3] Kuraš, M., V. Stužka u. F. Kašpárek, J. Mollin u. J. Slouka: Collect. czechoslov. chem. Commun. (im Druck). — [4] Michaelis, E.: Ber. dtsch. chem. Ges. **24**, 3439 (1891). — [5] Mollin, J., u. F. Kašpárek: Collect. czechoslov. chem. Commun. (im Druck). — [6] Schmidtmann, H.: Ber. dtsch. chem. Ges. **29**, 1169 (1896). — [7] Spassov, A., u. E. Golovinski: Dokl. Bolg. AN **11**, 287 (1958). — [8] Weise, J.: Ber. dtsch. chem. Ges. **22**, 2418 (1889). — [9] Werner, A., u. Th. Herberger: Ber. dtsch. chem. Ges. **32**, 2686 (1899).

Prom. Chem. Václav Stužka, Naturwissenschaftliche Fakultät, Palacký-Universität, Lidická 8, Olomouc (Tschechoslowakei)

Aus dem Chemischen Untersuchungsamt für das Saarland, Saarbrücken

Beiträge zur Fluorimetrie

VII. Die Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat in wäßrigen Lösungen durch Halogenionen in ihrer Abhängigkeit von der Salzkonzentration*

Von

J. Eisenbrand und M. Raisch**

(Eingegangen am 15. November 1960)

Der Vergleich der Löschwirkung der Anionen Cl^-, Br^-, J^- auf die Fluorescenz des Chininkations kann wegen des Säureeinflusses nur bei konstanter Säurekonzentration einwandfrei durchgeführt werden. Am

* VI. Mitt.: Eisenbrand, J., u. M. Raisch: diese Z. **179**, 352 (1961).

** Auszug aus der Dissertation von Max Raisch, Karlsruhe 1961.

besten geeignet erscheint nach den früheren Ergebnissen[3] eine Konzentration der Schwefelsäure von 0,01 n, weil diese einerseits genügend groß ist, um durch geringfügige sekundäre Einflüsse, wie z. B. Adsorption am Glas der Küvette oder Pufferung, unbeeinflußt zu bleiben, andererseits aber noch klein genug, um den Einfluß des Dissoziationsrückganges der Halogenwasserstoffsäure unberücksichtigt zu lassen. Ferner verändert eine so verdünnte Schwefelsäure innerhalb der kurzen zur Messung nötigen Zeit von wenigen Sekunden die Halogenidlösung noch nicht meßbar.

Die Versuchsanordnung war die gleiche wie bei den früheren Untersuchungen[3].

Tab. 1 zeigt einen Vergleich der bei Zusatz von KJ, KBr und KCl erzielten Löschkoeffizienten α. In Tab. 2 sind die Werte für die Löschkonstanten K zusammengestellt, welche aus den Zahlen der Tab. 1 mit Hilfe der Formel $K = c\,\alpha/(1-\alpha)$ berechnet wurden. Darin ist $\alpha = F/F_o$ (vgl.[3]). Aus Tab. 1 ersieht man, daß im ganzen Konzentrationsgebiet Bromion stärker löscht als Chlorion und Jodion stärker löscht als Bromion. Der zahlenmäßige Vergleich wird, wie Tab. 2 zeigt, etwas anders

Tabelle 1. *Löschung der Fluorescenz von Chininsulfat ($1 \cdot 10^{-6}$) Mol/l durch Kaliumhalogenide in 0,01 n Schwefelsäure* ($\lambda = 366$ nm)*

Halogenidkonzentration c Millimole/l	Löschkoeffizient α		
	KCl	KBr	KJ
1,00	0,835	0,790	0,760
2,00	0 680	0,645	0,610
3,00	0,595	0,555	0,505
4,00	0,535	0,470	0,410
5,00	0,485	0,405	0,365
6,00	0,425	0,375	0,305
7,00	0,385	0,330	0,275
8,00	0,350	0,290	0,235
9,00	0,320	0,280	0,220
10,0	0,295	0,250	0,185
15,0	0,225	—	—
20,0	0,175	0,137	0,100
30,0	0,125	0,090	0,065
40,0	0,095	0,070	0,042
50,0	0,085	0,050	0,035
60,0	0,070	0,045	0,025
70,0	0,060	0,040	0,020
80,0	0,055	0,035	0,017
90,0	0,045	—	0,016
100	0,045	—	0,015

* Mit λ ist die die Fluorescenz erregende Quecksilberlinie bezeichnet.

Tabelle 2. *Übersicht über die bei verschiedenen Löscherkonzentrationen ermittelten Löscherkonstanten K des Chininions für die drei Halogensalze in 0,01 n Schwefelsäure*

Löscherkonzentration c (Mol/l)	$K \cdot 10^3$		
	KCl	KBr	KJ
10^{-3}	5,1	3,7	3,4
10^{-2}	4,2	3,3	2,2
10^{-1}	4,7	2,4*	1,5
HWK	4,7	3,7	3,1
Mittelwert aus allen Messungen	4,7	3,2	2,6

* Dieser Wert wurde graphisch extrapoliert.

ausfallen, je nachdem ob man Löschungen bei schwacher, mittlerer oder starker Löscherkonzentration als Vergleichsgrundlage nimmt oder ob man den mittleren K-Wert oder die Halbwertskonstante HWK* zugrunde legt. Ferner ersieht man aus Tab. 2, daß der Gang von K mit der Löscherkonzentration offenbar am geringsten bei Chloridzusatz und am stärksten bei Jodidzusatz ist. Hierin dürfte sich ein Einfluß der unterschiedlichen Hydratation dieser Ionen ausdrücken. Daher dürfte ein Vergleich der Löschwirkungen bei möglichst kleiner Löscherkonzentration diese unterschiedlichen Einflüsse am besten eliminieren. Es ist interessant, aus Tab. 1 zu ersehen, daß in diesem Falle, d. h. bei praktisch völlig hydratisierten Ionen die Löschwirkungen von Cl^-, Br^- und J^- nur geringe Unterschiede zeigen. Offenbar ist hier die durch Wasser abgeschirmte elektrische Ladung der Anionen das fast ausschließlich die Löschung bestimmende Moment. In konzentrierteren Salzlösungen wird offenbar die Löschkraft des Jodions, die man ausdrücken kann durch den reziproken Wert von K, erheblich verstärkt, während die Löschkraft des Chloridions bei gleicher molarer Konzentration nur um wenige Prozente zunimmt. Der gefundene Gang der Löschkonstanten mit der Konzentration der Löschersalze ist auf Grund der modernen Theorie der Dissoziation starker Elektrolyte, wie sie in den genannten Halogensalzen vorliegen, ohne weiteres verständlich, wenn man außer den Vorstellungen über die Hydratation, die über Ionenassoziation von Bjerrum[1] und von Halban[4] sowie das Debye-Hückelsche[2] Gesetz berücksichtigt.

Die älteren Messungen von West, Müller u. Jette[6] und die Berechnungen von Weber[5] ergeben für die drei Halogene folgende K-Werte: Kaliumchlorid 0,0080, Kaliumbromid 0,0065, Kaliumjodid 0,0040. Diese Zahlen zeigen nach unseren oben mitgeteilten Messungen qualitativ die Reihenfolge richtig; quantitativ sind sie zu groß, wenn man mit den HWK-Werten der Tab. 2 vergleicht. Der Grund dafür ist hauptsächlich darin zu suchen, daß die Chininkonzentration bei West, Müller u. Jette gegenüber der Löscherkonzentration nicht mehr vernachlässigbar ist. Infolgedessen darf die Berechnung von HWK nicht mehr mit der einfachen Löschformel, wie oben angegeben, erfolgen, sondern die Konzentration an freiem und mit Halogen assoziiertem Chininion muß in die Formel eingehen. Berücksichtigt man dies, so erhält man HWK-Werte, welche mit unseren Zahlen innerhalb der Fehlergrenzen besser übereinstimmen. Als eigentliches Maß für Vergleiche der Löschkraft der Halogenionen sollte man jedoch besser die von uns ermittelten Werte bei kleiner Löscherkonzentration verwenden.

Zusammenfassung

Die mitgeteilten über ein größeres Konzentrationsgebiet durchgeführten Messungen der Löschwirkung von Halogenionen zeigen, daß qualitativ bei allen Löscherkonzentrationen die Reihenfolge $J^- > Br^- > Cl^-$ eingehalten wird. Quantitativ fällt der Vergleich verschieden aus, je nachdem große oder kleine Löschkonzentrationen verwendet werden. Um

* Die Halbwertskonstante HWK ist ein Spezialfall für K, der dadurch gekennzeichnet ist, daß $\alpha = (1 - \alpha) = 0{,}5$ ist.

auf einheitliche Bedingungen zu beziehen, wird vorgeschlagen, die Löschwirkung bei kleinen Löscherkonzentrationen dem quantitativen Vergleich zugrunde zu legen.

Die mitgeteilten Messungen erlauben, bei analytischen Untersuchungen unter Verwendung von Chininsulfat als innerem Standard die Löschwirkungen von Halogensalzen zu berücksichtigen.

Literatur

[1] BJERRUM, N.: Z. anorg. allg. Chem., **129**, 324 (1923). — [2] DEBYE, P., u. E. HÜCKEL: Physik. Z. **24**, 305 (1923). — [3] EISENBRAND, J., u. M. RAISCH: diese Z. **179**, 352 (1961). — [4] HALBAN, H. v.: Die Lichtabsorption der starken Elektrolyte, Réunion Internat. de Chimie Physique, Paris 1928. — [5] WEBER, K.: Inhibitorwirkungen, S. 17. Verlag Encke, Stuttgart 1938. — [6] JETTE, E., u. W. WEST: Proc. Roy. Soc. (London), Ser. A **121**, 299 (1928). — MÜLLER, R. H.: Proc. Roy. Soc. (London), Ser. A **121**, 313 (1928); vgl. Chem. Zbl. **1929**, I, 724. — WEST, W., R. H. MÜLLER u. E. JETTE: Proc. Roy. Soc. (London), Ser. A **121**, 294 (1928).

Prof. Dr. J. EISENBRAND, Chemisches Untersuchungsamt für das Saarland, Saarbrücken

---

Aus dem Institut für Analytische Chemie
der Technischen Hochschule für Chemie, Leuna-Merseburg

Dimethylgelb als Adsorptionsindicator zur indirekten Kaliumbestimmung mit Tetraphenyloborat

Von
R. GEYER und K. CHOJNACKI

(Eingegangen am 29. November 1960)

Die Ausfällung des Kaliums mit Tetraphenyloborat[7,8] hat eine vielseitige Anwendung bei der quantitativen Bestimmung des Kaliums gefunden; eine umfassende Zusammenstellung der verschiedenen Verfahren geben BARNARD jr. u. BÜECHL[1,1a]. Wir bemühten uns um die Auffindung organischer Farbstoffe, die sich als Adsorptionsindicatoren zur volumetrischen Indizierung dieses Fällungsvorganges eignen.

Fällung des Kaliums mit Tetraphenyloborat

Es wurden 85 Farbstoffe aus verschiedenen Farbstoffklassen auf ihre Indicatoreigenschaften untersucht. Von diesen zeigten nur wenige eine Beeinflussung durch den Fällungsvorgang. Der einzige Farbstoff, der beiderseits des Äquivalenzpunktes mit verschiedenen Farben adsorbiert wurde, war das p-Dimethylaminoazobenzol (Dimethylgelb). Es wird bei Kaliumüberschuß in gelbbrauner, bei Überschuß an Tetraphenyloborat mit roter Farbe vom Niederschlag adsorbiert. Die Farbänderung ist

jedoch unscharf und tritt schon vor dem Äquivalenzpunkt auf. So fällt aus einer Kaliumlösung anfangs ein gelbgefärbter Niederschlag aus, und sobald etwa ein Drittel des Kaliums sich abgeschieden hat, läßt sich ein allmählicher Farbübergang nach Rosa beobachten. Die überstehende Lösung bleibt dabei immer schwach gelblich.

Dieser Farbübergang wird durch den p_H-Wert beeinflußt. Er verschiebt sich mit steigendem p_H zum Äquivalenzpunkt hin. Dabei schwächt sich aber die Rotfärbung ab und bleibt im schwach alkalischen Medium schließlich vollständig aus. Die einmal hervorgerufene Rotfärbung des Niederschlages ist durch nachträgliche Zugabe von Natronlauge nicht wieder rückgängig zu machen. Würde eine Säure-Base-Adsorption vorliegen, nach der Art, wie sie von Pungor u. Schulek[5] beschrieben worden ist, so müßte bei großem Hydroxylionenüberschuß das Proton leicht aus dem roten Farbstoff wieder verdrängt werden. Daß dies nicht der Fall ist, sahen wir als einen ersten Hinweis dafür an, daß es auf der Oberfläche des Niederschlages zur Bildung einer Verbindung des Farbstoffkations mit dem Tetraphenyloboratanion kommt.

Die Ursache für das zu zeitige Erscheinen des Farbumschlages dürfte mit der verhältnismäßig hohen Löslichkeit von $KBPh_4$ im Zusammenhang stehen. Diese beträgt nach Geilmann u. Gebauhr[3] $1{,}5 \cdot 10^{-4}$ Mol/l. Wäre das Salz weniger löslich, so läge bis zum Erreichen des Äquivalenzpunktes auch die Konzentration des Tetraphenyloborations niedriger und dessen Adsorption müßte später in Erscheinung treten. Daß eine solche Überlegung zu Recht besteht, ergibt sich aus den nachfolgenden Versuchen mit Ag^+ und Tl^+, die schwerer lösliche Salze bilden.

Fällung von Ag^+ und Tl^+ mit Tetraphenyloborat

Betrachtet man den gleichen Adsorptionsvorgang an den schwerer löslichen Silber- und Thallium(I)-tetraphenyloboraten, so rückt der Farbumschlag sehr nahe an den Äquivalenzpunkt heran. Die Löslichkeiten werden für $TlBPh_4$ zu $6{,}0 \cdot 10^{-7}$ Mol/l[6] und für $AgBPh_4$ zu $2{,}0 \cdot 10^{-7}$ Mol/l[4] angegeben. Die Farbübergänge sind die gleichen, wie wir sie mit dem Kaliumion beobachteten. Bei Überschuß an Tetraphenyloborat färben sich beide Niederschläge rot; überschüssiges Silber- bzw. Thallium(I)-ion geben einen orangegelben Farbton. Der Farbwechsel kommt im ganz schwach sauren Medium — innerhalb p_H 3—5 etwa — am deutlichsten zum Vorschein. Die Einstellung dieses p_H-Bereiches ließ sich durch Zugabe von Natriumacetat zur schwach salzsauren Lösung leicht erreichen.

Bei den Titrationsversuchen mit Ag^+ bzw. Tl^+ erwies sich ein Zusatz von Essigester zur Titrationslösung günstig für den Farbumschlag. Der Essigester bewirkt, daß die beiden schwer löslichen Salze kolloid in Lösung gehalten werden. Dadurch vollzieht sich der Farbumschlag in einer scheinbar einheitlichen Phase. Bei $TlBPh_4$ tritt allerdings in Abhängigkeit von der Konzentration eine mehr oder weniger starke

Trübung der Titrationslösung ein, wodurch die Erkennung des Farbumschlages etwas beeinträchtigt werden kann.

Die Titration des Tetraphenyloborats mit Ag^+ erfährt durch Chlorid eine Störung. Dies ist mit Tl^+ nicht der Fall. $TlNO_3$ als Titrator ermöglicht daher eine indirekte Kaliumbestimmung auch in chloridhaltigen Lösungen. Verwendet man außer dem Dimethylgelb noch einen Zusatz eines blauen Farbstoffes, der am Adsorptionsvorgang selbst nicht teilnimmt, so läßt sich der Farbumschlag durch einen derartigen „Mischindicator" weiter verbessern. Wir verwendeten ein Gemisch von Dimethylgelb und Nilblau.

Der Adsorptionsvorgang

Versetzt man 10 ml einer nicht zu verdünnten Dimethylgelblösung bei p_H-Werten, die in der Nähe der oberen Grenze des Umschlagsintervalls (p_H 2,9—4,1; Rot bis Gelb) liegen, etwa bei p_H 3,5—4,5, mit einigen Tropfen einer 0,1 n Tetraphenyloboratlösung, so kommt eine kräftige Rotfärbung zum Vorschein. Wird die Wasserstoffionenkonzentration nun vermindert, z. B. durch Zugabe von Natriumacetat, dann färbt sich die Lösung wieder gelb, und man benötigt eine größere Menge Tetraphenyloborat, um den roten Farbton wieder zu erhalten. Diese Verhältnisse sind vollkommen analog denen, die Fajans u. Hassel[2] für Eosin und Silberionen beschrieben haben. In beiden Fällen bildet sich (in Abwesenheit der festen Phase) eine wenig dissoziierte Verbindung unter gleichzeitiger Verschiebung der Lichtabsorption nach dem langwelligen Spektralbereich hin. Bei noch höheren Konzentrationen kann es auch zu einer Niederschlagsbildung kommen.

Führt man einen gleichen Versuch mit verdünnten Lösungen durch so wie sie bei der Titration zur Anwendung kommen, dann können bis zu 2 ml einer 0,05 n Tetraphenyloboratlösung zugegeben werden, ohne daß die Dimethylgelb enthaltende Lösung ihre gelbe Farbe verliert. Aber 2 Tropfen einer 0,05 n Thallium(I)-lösung genügen dann schon, um den sofortigen Farbwechsel nach Rot zu veranlassen, wiederum in völliger Analogie zum Eosin und Silberion nach Fajans u. Hassel. Wir führen daher die Rotfärbung des Thalliumtetraphenyloborat-Niederschlages auf die Abscheidung einer Verbindung aus Farbstoffkation und Tetraphenyloboratanion an dessen Oberfläche zurück. Nach Pungor u. Schulek[5] besitzen Verbindungen in der Oberfläche von Festkörpern ein geringeres Löslichkeitsprodukt als in der niederschlagsfreien Lösung.

Wir haben auch den p_H-Wert während der Titration des Tetraphenyloborats mit Thallium(I)-lösung kontrolliert, konnten dabei aber keine Änderung feststellen. Auch in der natriumacetat- und essigesterfreien Lösung macht sich nur eine geringfügige Änderung des p_H-Wertes bemerkbar, die jedoch mit Natriumtetraphenyloboratlösung allein in

annähernd gleicher Weise auftritt. Trotzdem spielt der p_H-Wert auch bei diesem Adsorptionsindicator eine Rolle, insofern nämlich, als durch den Säuregrad der Lösung das Säure-Base-Gleichgewicht des Dimethylgelbs festgelegt wird. Ist die Konzentration des Farbstoffkations sehr niedrig, z. B. in alkalischem Medium, so kann trotz der geringen Löslichkeit der Tetraphenyloborat-Dimethylgelbverbindung in der Grenzfläche des Festkörpers das Löslichkeitsprodukt nicht überschritten werden.

Indirekte Kaliumtitration mit $TlNO_3$-Lösung

Die schwach saure, Natriumacetat und Essigester enthaltende Kaliumsalzlösung wird mit einem Überschuß an Tetraphenyloborat versetzt, den man mit eingestellter $TlNO_3$-Lösung zurücktitriert.

Lösungen. *Tetraphenyloborat.* Zur Herstellung einer 0,05 m Lösung werden 18 g $Na[B(C_6H_5)_4]$ in 0,5 l destilliertem Wasser gelöst. Zur Klärung der trüben Lösung schüttelt man 10 min mit $Al(OH)_3$, das aus 2 g $AlCl_3$ durch Ammoniakfällung erhalten wird. Man füllt auf 1 l auf und filtriert. Eine so hergestellte Lösung ist etwa 2 Wochen beständig und führt zu gut filtrierfähigen Kaliumniederschlägen.

Thallium(I). 13,32 g $TlNO_3$ werden in 1 l Wasser gelöst. Die Titerstellung erfolgt gegen eine KCl-Lösung bekannten Gehaltes nach der unten angegebenen Vorschrift für die Kaliumbestimmung. — Der „stöchiometrische" Titer der Thalliumlösung, über die gravimetrische TlJ- bzw. Tl_2CrO_4-Bestimmung erhältlich, ließ sich nicht verwenden.

Mischindicator. 100 mg Dimethylgelb und 130 mg Nilblau werden in 100 ml Äthanol gelöst.

Essigsäureäthylester. Es ist nur möglichst reiner Essigester zu verwenden. Bei minderem Reinheitsgrad kann der Farbumschlag des Dimethylgelbs erheblich verschlechtert werden. Es war nicht festzustellen, welche Verunreinigungen im Essigester dafür verantwortlich sind.

Vorschrift. Die 10—30 mg enthaltende Kaliumlösung wird in einem 100 ml-Maßkolben unter Umschwenken mit 20 ml 0,05 m $Na[B(C_6H_5)_4]$-Lösung versetzt. Anschließend wird aufgefüllt. Sobald der Niederschlag 10 min gestanden hat, filtriert man über ein Faltenfilter in ein trockenes Becherglas.

Vom Filtrat werden 50 ml in einen 300 ml-Erlenmeyer-Kolben abpipettiert und auf etwa 200 ml verdünnt. Nunmehr werden 10% Essigester und nach erfolgter Vermischung, die man durch Rühren oder durch Schütteln beschleunigen kann, 8 Tropfen der Mischindicatorlösung zugegeben. Die Titrationslösung sieht in der Regel blauviolett gefärbt aus. Man fügt nun tropfenweise so lange eine 10%ige Natriumacetatlösung hinzu, bis die Farbe grün geworden ist. Sodann wird mit 0,05 m $TlNO_3$-Lösung (Mikrobürette) unter ständigem Rühren titriert. Die Titrationslösung färbt sich, sobald etwas Thalliumtetraphenyloborat entstanden ist, bläulichrot. Am Titrationspunkt erfolgt ein Farbumschlag nach Blaugrün.

Die im Überschuß vorgelegte Natriumtetraphenyloboratlösung wird in der gleichen Weise für sich allein titriert. Von der ihr äquivalenten Menge der Thalliumlösung ist bei den einzelnen Kaliumbestimmungen der sich ergebende Verbrauch an Thallium(I)-lösung abzuziehen. Aus der Differenz beider Werte ergibt sich die gesuchte Kaliummenge. Einige Ergebnisse an reinen KCl-Lösungen sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Wie man aus Tab. 1 ersieht, erhält man bei Verwendung des über die gravimetrische TlJ-Bestimmung erhaltenen „stöchiometrischen" Titers der $TlNO_3$-Lösung stets zu niedrige Werte. Das deutet auf einen

Tabelle 1. *Kaliumbestimmung in reinen KCl-Lösungen*
(20 ml $NaBPh_4$ im Überschuß; 20 ml $NaBPh_4$ ≙ 9,32 ml $TlNO_3$-Lösung; 1 ml Tl^I-Lösung ≙ 4,06 mg K bei empirischer Titerstellung gegen KCl bzw. 3,88 mg bei gravimetrischer Titerstellung über TlJ)

Nr.	Vorgelegt Kalium (mg)	Verbrauch $TlNO_3$-Lösung (ml)	Gefunden (theoretischer Titer)		Gefunden (empirischer Titer)	
			Kalium (mg)	Abweichung (mg)	Kalium (mg)	Abweichung (mg)
1	19,55	4,39	19,13	—0,42	20,02	+0,47
2	19,55	4,48	18,78	—0,77	19,65	+0,10
3	19,55	4,50	18,70	—0,85	19,57	+0,02
4	19,55	4,51	18,66	—0,89	19,52	—0,03
5	24,43	3,31	23,32	—1,11	24,40	—0,03
6	24,43	3,34	23,20	—1,23	24,28	—0,15
7	24,43	3,35	23,16	—1,27	24,24	—0,19
8	24,43	3,36	23,12	—1,31	24,20	—0,23

Tabelle 2. *Einfluß von Fremdelektrolyten*

Salz		Verbrauch $TlNO_3$-Lösung (ml)	Farbumschlag innerhalb
Formel	(g)		
—	—	4,65	1 Tropfen
NaCl	1	4,65	1 Tropfen
NaCl	5	4,65	2 Tropfen
$Mg(NO_3)_2$	0,2	4,65	1 Tropfen
$Mg(NO_3)_2$	0,5	4,70	1 Tropfen
$Mg(NO_3)_2$	1	4,65	2 Tropfen
$Mg(NO_3)_2$	2	4,70	2 Tropfen
$Mg(NO_3)_2$	5	4,65	2 Tropfen
$CaCl_2$	0,1	4,60	1 Tropfen
$CaCl_2$	1	4,65	1—2 Tropfen
$CaCl_2$	2	4,60	2 Tropfen
$CaCl_2$	5	4,65	2 Tropfen
$AlCl_3$	0,1	4,55	1 Tropfen
$AlCl_3$	0,2	4,50	1 Tropfen
$AlCl_3$	0,5	4,60	1 Tropfen
$AlCl_3$	1	4,65	2 Tropfen
$AlCl_3$	2	4,60	2 Tropfen
$AlCl_3$	5	4,50	2 Tropfen

systematischen Fehler hin. Dieser erwies sich obendrein konzentrationsabhängig; denn beim Übergang zu niedrigeren Konzentrationen der Titratorlösung traten die Abweichungen in zunehmendem Maße auf. Unter der Annahme, daß mit dem durch die indirekte Titerstellung

erhaltenen empirischen Faktor der systematische Fehler eliminiert ist, wurde die Standardabweichung errechnet. Sie beträgt für den angegebenen Arbeitsbereich $\pm 0{,}21$ mg.

Der Einfluß verschiedener Fremdelektrolyte geht aus Tab. 2 hervor. Es ist zu ersehen, daß von den zugesetzten Salzen erst Mengen ab

Tabelle 3. *Kaliumbestimmung in Kalisalzen*
(10 ml der Salzlösungen werden mit 20 ml einer 0,05 m $NaBPh_4$-Lösung gefällt. Das überschüssige $NaBPh_4$ wird mit 0,05 m $TlNO_3$-Lösung nach oben angegebener Vorschrift zurücktitriert)

Salz und Einwaage	Ergebnis		Standardabweichung	
	K_2O (%)	Mittel (%)	absolut (%)	relativ (%)
Carnallit 25 g/l	8,84 8,97 8,94 8,78 8,86	8,88	0,08	0,87
Kalidüngesalz 5 g/l	46,8 47,3 46,3 46,6 46,6	46,7	0,37	0,79
Chlorkalium 5 g/l	60,6 60,4 61,2 60,0 59,7	60,4	0,58	0,95

etwa 0,5 g eine merkbare Verschlechterung des Farbumschlages ergeben. Tab. 3 schließlich zeigt noch einige Beleganalysen für verschiedene Kalisalze.

Handelt es sich in speziellen Fällen um eine Kaliumbestimmung in halogenfreien Lösungen, so läßt sich an Stelle von $TlNO_3$ mit gleichem Erfolg $AgNO_3$ verwenden. Es sei ferner erwähnt, daß man auf die beschriebene Art natürlich auch Thallium mit einer entsprechend eingestellten Kalignostlösung direkt titrieren kann.

Zusammenfassung

p-Dimethylaminoazobenzol (Dimethylgelb) eignet sich als Adsorptionsindicator für die fällungsmaßanalytische Bestimmung von Tetraphenyloborat mit Thallium(I)-nitrat bzw. Silbernitrat. Die Lösung muß an Essigsäureäthylester gesättigt sein. Auf dieser Grundlage wird ein Verfahren zur indirekten Kaliumtitration entwickelt. Durch Verwendung eines Mischindicators wird die Schärfe des Farbumschlages erhöht.

Literatur

[1] BARNARD jr., A. J.: Chemist-Analyst **44**, 104 (1955); **45**, 110 (1956). — [1a] BARNARD jr., A. J., u. H. BÜECHL: Chemist-Analyst **46**, 16 (1957); **47**, 46 (1958); **48**, 44 (1959). — [2] FAJANS, K., u. O. HASSEL: Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **29**, 495 (1923); vgl. diese Z. **64**, 351 (1924). — [3] GEILMANN, W., u. W. GEBAUHR: diese Z. **139**, 161 (1953). — [4] HAVÍŘ, J.: Collect. czechoslov. chem. Commun. **24**, 1954 (1959); vgl. diese Z. **167**, 278 (1959). — [5] PUNGOR, E., u. E. SCHULLEK: diese Z. **150**, 166 (1956). — [6] SIROTINA, I. A., u. I. P. ALIMARIN: Ž. anal. Chim. **12**, 367 (1957); vgl. diese Z. **161**, 120 (1958). — [7] WITTIG, G., G. KEICHER, A. RÜCKERT u. P. RAFF: Liebigs Ann. Chem. **563**, 110 (1949). — [8] WITTIG, G., u. P. RAFF: Liebigs Ann. Chem. **573**, 195 (1951).

Prof. Dr. R. GEYER, Halle (Saale), Neuwerk 7

Government Metallurgical Laboratory, University of the Witwatersrand, Milner Park, Johannesburg (South Africa)

Colorimetry of Sulphur Anions

Part I

An improved colorimetric Method for the Determination of Thiosulphate

By

P. J. URBAN

(Received December 5, 1960)

Recently SÖRBO[2] reported a colorimetric method for thiosulphate. This depends on catalysing its cyanolysis with cupric chloride solution:

$$S_2O_3^{2-} + CN^- = SO_3^{2-} + SCN^-.$$

In the absence of a catalyst, this reaction requires 30 min on a steam bath to go to completion. The cupric chloride catalyst completes the reaction in less than 15 sec at room temperature. The thiocyanate formed is determined colorimetrically as its red ferric complex.

At first attempts were made to develop the method for determining the thiosulphate formed after the cyanolysis of polythionate under the conditions of NIETZEL and DE SESA's method[1]. Owing to the high concentration of sodium cyanide and the correspondingly large amount of cupric chloride solution that had to be added, a slow-dissolving precipitate was obtained; even when this had dissolved, the amounts of thiocyanate formed were variable and did not obey BEER's Law. SÖRBO's method was then modified as follows:

Using the same reagents and conditions as in SÖRBO's method (which include a lower cyanide concentration), the final volume was increased from 5.5 ml to 100 ml, so that aliquots of solution of up to

50 ml could be taken, and it was found that BEER's Law was obeyed; a further test showed that by increasing the concentration of the mixed ferric nitrate-nitric acid reagent, a substantial increase in sensitivity was obtained, and the system still obeyed BEER's Law.

As was pointed out by SÖRBO[2], the colorimetric method for thiosulphate developed by him suffers from interference by polythionates, and no correction can be made for this unless the identity of the polythionates is known. This also applies to the above-mentioned modification of SÖRBO's method. A method for overcoming this interference has been developed and is described here.

During the course of this investigation it was observed that the addition of cupric chloride reagent halts the cyanolysis of polythionate while catalysing that of thiosulphate. It was also observed that the cupric chloride reagent made the solution acid. It is well known that the cyanolysis of polythionates does not proceed appreciably in acid solution. It therefore seemed likely that the cyanolysis of thiosulphate and not polythionates would proceed in slightly acid solution in the presence of cupric chloride. The present work has shown this to be true. Based on this principle, a further modification to the above modified method for thiosulphate makes this method specific for thiosulphate in the presence of polythionate(s).

Experimental

Apparatus and Reagents

The following equipment was used: Beckman Model DU spectrophotometer with 1, 2 and 5 cm glass cells; 100 ml standard flasks coated with Krylon black acrylic spray, except for small vertical areas on opposite sides near the top graduation; 125 ml "grease-free" Phillips beakers (these are cleaned with sulphuric acid-dichromate solution);

a p_H meter capable of an accuracy of 0.1 p_H unit;

a suitable efficient stirrer; a magnetic stirrer is recommended.

1% (W/V) NaCN Solution. Dissolve 10.0 g A.R. NaCN in distilled water and dilute to 1 litre.

Mixed Ferric Nitrate-Nitric Acid Reagent. Dissolve 300 g A.R. $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ in distilled water, add 400 ml (55%) HNO_3 solution and dilute to 1 litre.

0.1 M $CuCl_2$ Solution. Dissolve 17.05 g Analar $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ in distilled water and dilute to 1 litre.

10% (V/V) Ammonia Solution. Dilute 100 ml of concentrated ammonia solution (25%) to one litre with distilled water.

10% (V/V) Acetic Acid Solution. Dilute 100 ml A.R. glacial acetic acid to 1 litre with distilled water.

Procedures

Two different procedures are recommended, depending on whether polythionates are present or not; if they are present the cyanolysis must be carried out in the presence of acetate buffer.

a) When polythionates are absent. Transfer the aliquot of sample solution which should be neutral (Note 1) to an 100 ml opaque flask and dilute if necessary

to about 50 ml with distilled water. Add 5 ml 1% NaCN solution to the sample, wash down the sides of the flask with distilled water (Note 2) and mix the solution by swirling. While swirling rapidly (Note 3), add 3 ml 0.1 M $CuCl_2$ solution and wash down. In the same manner add 5 ml mixed ferric nitrate-nitric acid reagent. Dilute the solution to 100 ml with distilled water and mix thoroughly.

If free SCN^- is present, prepare a sample blank. The procedure is very similar to the above; the only difference is that the ferric nitrate-nitric acid, NaCN and $CuCl_2$ reagents are added in this order (Note 4).

Using 50 ml of distilled water, prepare a reagent blank in the same way as the sample blank.

Measure the transmittancies of the sample and sample blank against the reagent blank at a wavelength of 460 nm. Determine the amount of SCN^- in each by reference to a calibration curve (Note 5).

Calculations. The SCN^- found in the sample blank corresponds to the free SCN^- originally present. When this quantity is subtracted from the SCN^- found in the sample, the SCN^- equivalent to the $S_2O_3^{2-}$ originally present is obtained.

Note 1: If necessary the sample must be accurately neutralized with 10% ammonia and/or 10% acetic acid solution to phenolphthalein indicator.

Note 2: On account of the limited volume available it is advisable to use a wash-bottle with a fine jet for all transfer and washing operations.

Note 3: This swirling is essential to prevent the formation of an insoluble precipitate when the $CuCl_2$ is added.

Note 4: By adding the ferric nitrate-nitric acid reagent first, the solution is rendered strongly acid, and cyanolysis of the $S_2O_3^{2-}$ in the sample blank does not occur.

Note 5: A calibration curve may be prepared as follows: Dissolve 0.1240 g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ and dilute to 500 ml with distilled water. Using various aliquots of this solution, the above procedure is carried out and a calibration curve is determined.

b) When polythionates are present. Introduce an aliquot of sample into a 125 ml "grease-free" Phillips beaker and dilute to about 30 ml. Add 1 ml 10% acetic acid to the sample (Note 1). Add 10% NH_4OH or 10% acetic acid to the sample such that when 5 ml of 1% NaCN solution are added next, a p_H 5.0 $\pm$ 0.2 is obtained (Note 2). While stirring rapidly, add 3 ml 0.1 M $CuCl_2$ solution immediately after the NaCN solution (Note 3). Add 5 ml ferric nitrate-nitric acid reagent also during stirring. Transfer the solution at once to an 100 ml opaque flask (Note 4) and dilute to 100 ml.

If free SCN^- is present, prepare a sample blank using the above procedure, but adding the $Fe(NO_3)_3$-HNO_3, NaCN and $CuCl_2$ reagents in this order.

Prepare a reagent blank (Note 5) and measure the transmittancies of the sample and sample blank against it, as in procedure (a) above. Determine the amount of SCN^- in each by reference to a calibration curve (Note 6).

The calculations are identical to those in procedure (a).

Note 1: This acetic acid is necessary on account of its buffering effect.

Note 2: A separate trial is necessary here. In the trial sample one ml of 10% acetic acid and 5 ml of 1% NaCN are added before determining the amount of 10% NH_4OH or 10% acetic acid required to adjust the p_H to 5.0 $\pm$ 0.2 p_H unit. If only ammonia is required to adjust the p_H, this trial sample may be retained for the analysis. If acetic acid is required, this trial sample must be discarded; this is because polythionates are cyanolysed in alkaline solution and would give rise to interference. The cyanolysis of polythionates is negligible at p_H 5.0, particularly when almost no time is allowed for them to react.

Note 3: The $CuCl_2$ must be added immediately after the NaCN to prevent partial cyanolysis of polythionate.

Note 4: This transfer must be done at once to prevent decomposition of the red ferric thiocyanate complex by the action of light. When a magnetic stirrer is used, proceed as follows. Decant the bulk of the solution into the 100 ml flask. Remove the stirrer with the aid of a magnetic rod and wash it, collecting the washings in the beaker. Complete the transfer and washing into the 100 ml flask.

Note 5: There is no need to add acetate to the reagent blank.

Note 6: This calibration curve has been found to differ from that used in procedure (a) owing to the presence of acetate. Dissolve 0.1240 g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ and dilute to 500 ml with distilled water. Using various aliquots of this solution, the above procedure is carried out and calibration data are obtained.

0.124 g of A.R. $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ were dissolved and diluted to 500 ml with distilled water. Aliquots of this solution were used to prepare a calibration curve for procedure (a). The results are shown in Table 1. When expressed graphically, they show that BEER's Law is obeyed.

Table 1. *Calibration Data — Procedure (a) for Thiosulphate Determination*

$S_2O_3^{2-}$ (mg)	SCN^- formed (mg)	% Transmittancy		% Transmittancy (1 cm) after 2.5 hrs.
		2 cm	1 cm	
0.112	0.058	85.0	90.8	90.5
0.224	0.116	73.0	84.1	83.8
0.336	0.174	61.9	77.2	77.0
0.560	0.290	45.8	66.7	66.5
0.784	0.406	31.7	55.3	55.2
1.120	0.580	19.7	43.2	43.1
1.344	0.696		37.1	36.9
1.68	0.870		29.0	29.0
2.24	1.160		19.1	19.0

These results show that the ferric thiocyanate colour is quite stable in the opaque flasks for at least 2.5 hours.

A further experiment reported elsewhere[3], using an accurately standardised dilute NH_4SCN solution in the above procedure showed that the conversion of thiosulphate to thiocyanate is quantitative.

The following experiments were carried out in the development of procedure (b), in which interference by polythionate is avoided.

The effect of p_H on the Cu^{2+} catalysed cyanolysis of thiosulphate was examined. Using identical aliquots of a standard sodium thiosulphate solution, the p_H values were adjusted with 1 N H_2SO_4 solution between the additions of NaCN and $CuCl_2$ in procedure (a). The amounts of SCN^- formed were determined by reference to a calibration curve prepared with the data in Table 1. The results of this experiment are given in Table 2.

From these results it is difficult to establish whether p_H (1) or p_H (2) has a greater effect on the degree of cyanolysis. It seemed probable

that this is a function of both p_H values; the $CuCl_2$ initiates a rapid cyanolysis of $S_2O_3^{2-}$ and causes a rapid increase in acidity, and this acidity in turn retards and finally halts the cyanolysis reaction.

Table 2

Effect of p_H on the Degree of Cyanolysis of Thiosulphate—Cupric Chloride Catalyst

% Transmittancy (1 cm cell)	mg SCN^- formed	Degree of cyanolysis (%)	p_H (1)[1]	p_H (2)[2]
26.15	0.936	100.0	10.5	8.2
26.05	0.936	100.0	9.0	3.8
38.1	0.674	72.0	7.9	3.3
49.9	0.487	52.0	7.0	3.29
57.4	0.388	41.5	6.08	3.22
57.1	0.391	41.8	5.13	3.20
66.8	0.282	30.2	4.05	3.17
89.1	0.080	8.6	3.0	2.90
100.3	—	0	2.0	2.15

[1] p_H (1) refers to p_H of solution before adding the $CuCl_2$ reagent.
[2] p_H (2) refers to p_H of solution after adding the $CuCl_2$ reagent.

From Table 2 it can also be seen that at p_H (1) = 4.0—6.0 conversion is appreciable, viz. 30—42%. It is to be expected that the cyanolysis of polythionate would be small or negligible between these p_H values. Thus it appeared possible, by using a suitable buffer of p_H 4—6, to obtain cyanolysis of $S_2O_3^{2-}$ and not $S_nO_6^{2-}$.

The first buffer tested was acetate. The p_H of 50 ml of distilled water containing 5 ml of 1% NaCN solution was adjusted to 4.95 using 10% acetic acid solution. 5 ml of solution containing 4 mg $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ were added. Next 3 ml 0.1 M $CuCl_2$ solution were added with stirring. p_H (2) was 4.19. The solution was transferred to an 100 ml opaque flask, 5 ml of ferric nitrate-nitric acid reagent were added and the solution diluted to 100 ml. The transmittancy at 460 nm (25.2%) was identical with that of the same amount of $S_2O_3^{2-}$ treated by procedure (a) (i.e. 25.0%) This showed that under these buffered conditions [$p_H(1) = \pm 5$], conversion of $S_2O_3^{2-}$ to SCN^- is quantitative.

The wavelength-transmittancy curve of the above sample containing acetate was determined between 400 and 540 nm against an air blank using 1 cm glass cells. The results are shown in Table 3, from which it is clear that the presence of acetate has not altered the position of the transmittancy minimum at 460 nm.

Thus it has been found that with p_H (1) = 4.95 and p_H (2) = 4.19, conversion of $S_2O_3^{2-}$ to SCN^- has been complete. The next experiment determined the range of values of p_H (1) and p_H (2) at which conversion is complete in the presence of acetate. The same procedure as in the preceding experiment was used, but different amounts of 10% acetic

acid were required to give the various values of p_H (1). The results (Table 4) show that for complete conversion, the following conditions must hold:

(a) p_H (1) $\geq$ 4.80 and/or (b) p_H (2) $\geq$ 4.20.

Table 3. *Wavelength—Transmittancy Data of Acetate-Buffered System for Thiosulphate Analysis*

Wavelength nm	% Tr.	Wavelength nm	% Tr.	Wavelength nm	% Tr.
400	43.2	455	25.2	500	36.8
410	39.0	460	25.2	510	42.2
420	34.9	465	25.6	520	48.9
430	30.7	470	26.2	530	57.7
440	27.2	480	28.2	540	63.3
450	25.8	490	32.1		

Table 4. *Effect of p_H on Degree of Thiosulphate Cyanolysis. Acetate-Buffered System. Cupric Chloride Catalyst*

p_H (1)	p_H (2)	% Cyanolysis	p_H (1)	p_H (2)	% Cyanolysis
4.80	4.20	100	4.00	3.86	73.0
4.60	4.11	99	3.82	3.77	56.5
4.40	4.01	96.2	3.63	3.61	41.6
4.17	3.95	83.5	3.41	3.42	25.6

Interference by Polythionates. In the next experiment it was shown that 10 mg $K_2S_4O_6$ and 30 mg each of $K_2S_3O_6$, $K_2S_5O_6$ and $K_2S_6O_6$ produced no SCN^- under these conditions (with p_H (1) = 5.0). Other work [3] has shown that these $K_2S_5O_6$ and $K_2S_6O_6$ salts are not pure and also contain $K_2S_8O_6$, and probably also $K_2S_7O_6$ and $K_2S_9O_6$. Hence it is concluded that all polythionates do not interfere, and this procedure is specific for thiosulphate in the presence of polythionates.

A further experiment was carried out to establish the p_H value at which the cyanolysis of polythionate is negligible. The p_H values of several aliquots of NaCN solution were adjusted with 10% acetic acid to a series of values between 6.79 and 4.78; 30 mg $K_2S_5O_6$ and 1.6 mg $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ in solution were added to each aliquot, and 5 min were allowed for the cyanolysis of polythionate to proceed. The $CuCl_2$ reagent was then added and the procedure completed as described in procedure (a). Two standard samples containing the same amount of thiosulphate were also used. The results are shown in Table 5.

From these results it is seen that negligible cyanolysis of polythionate occurs in 5 min at p_H 4.8—5.1. Hence it is concluded that the ideal p_H for this method is 5.0 ± 0.2 p_H units. Further, the $CuCl_2$ reagent should be added as soon as possible after the NaCN solution, to prevent any slight cyanolysis of polythionate.

Calibration data for procedure (b) were next obtained in duplicate using a freshly prepared aqueous solution of sodium thiosulphate (Table 6). When plotted graphically, these figures do not coincide with

Table 5. *Effect of p_H on the Cyanolysis of Polythionate in the presence of Thiosulphate*
Reaction time = 5 min

$K_2S_5O_6$ added mg	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ added mg	p_H (1)	p_H (2)	Total SCN^- found mg	SCN^- formed from Polythionate mg	% Conversion of Polythionate
30	1.6	6.79	4.43	0.611	0.209	1.6
30	1.6	6.47	4.39	0.478	0.076	<0.6
30	1.6	6.19	4.37	0.460	0.058	<0.45
30	1.6	5.81	4.50	0.432	0.030	0.23
30	1.6	5.50	4.48	0.426	0.024	0.18
30	1.6	5.11	4.28	0.407	0.005	0.04
30	1.6	4.78	4.18	0.407	0.005	0.04
—	1.6	4.90	4.38	0.404	—	—
—	1.6	4.89	4.30	0.400	—	—

Table 6
Calibration Data. Procedure (b) for Thiosulphate Determination, using Acetate Buffer

Mean Percent Transmittancy (1 cm cell)	SCN^- formed (by calculation) mg	Mean Percent Transmittancy (1 cm cell)	SCN^- formed (by calculation) mg
86.0	0.0936	37.0	0.655
74.3	0.187	32.6	0.749
64.7	0.281	24.7	0.936
48.9	0.468	19.4	1.123

those of procedure (a); a straight line was obtained which passed through 98% Transmittancy, and is about 1—2% lower than that for procedure (a).

Identical transmittancies were obtained in samples measured against a blank either with or without the same amount of acetate. Therefore there is no point in adding acetate to the blank solution.

Interference. As was pointed out by Sörbo [2], sulphide interferes because it is also converted to thiocyanate under these conditions.

Summary

The colorimetric method of Sörbo for the determination of thiosulphate has been improved in such a way that polythionates do not interfere; it has also been modified for use with larger volumes of solution. The procedure depends on the production of thiocyanate equivalent to the thiosulphate, and determination of the thiocyanate with an excess of ferric iron. By careful control of the p_H using an acetate buffer, the cyanolysis of polythionates and hence their interference is avoided.

References

[1] NIETZEL, O. A., and M. A. DE SESA: Analyt. Chemistry **27**, 1839 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **152**, 361 (1956). — [2] SÖRBO, B.: Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **23**, 412 (1957). cf. Z. analyt. Chem. **159**, 142 (1957/58). — [3] URBAN, P. J.: Thesis submitted for PhD, 1958. Univ. of the Witwatersrand, Milner Park, Johannesburg.

Dr. P. J. URBAN, c/o Industrial Distributors (1946) Ltd., P.O. Box 916, Johannesburg (South Africa)

Government Metallurgical Laboratory, University of the Witwatersrand, Milner Park, Johannesburg (South Africa)

Colorimetry of Sulphur Anions

Part II*

A specific colorimetric Method for the Determination of Trithionate

By

P. J. URBAN

(Received December 5, 1960)

As was pointed out by KURTENACKER[1], the cyanolysis of trithionate by the reaction:

$$S_3O_6^{2-} + CN^- + 2OH^- = SO_3^{2-} + SO_4^{2-} + SCN^- + H_2O$$

is incomplete in 5—15 min at room temperature. Using a cyanide concentration of 5 ml 5% NaCN solution in a total volume of 65 ml solution, the kinetics of cyanolysis of $K_2S_3O_6$, $K_2S_4O_6$, $K_2S_5O_6$, $K_2S_6O_6$ and higher polythionates were studied at room temperature[2]. It was found that the cyanolysis of $K_2S_4O_6$ is complete in 1.5 min, and that of higher polythionates is more rapid. The cyanolysis of trithionate is a much slower reaction; this was found to be a first order reaction with a mean rate constant of $2.69 \cdot 10^{-4}$ sec^{-1} at 24°C. Using the lowest value of the rate constant found, namely $2.10 \cdot 10^{-4}$ sec^{-1}, it can be calculated that, under these conditions the cyanolysis of trithionate is 1.6% complete in 2 min, 99.9% complete in 9.25 hours and 99.99% complete in 12.2 hours. These facts have been used here for the development of a colorimetric method for trithionate in the presence of other polythionates.

Two aliquots of the trithionate-polythionate solution are cyanolysed, one for two minutes and the other for sixteen hours, and the thiocyanate formed is determined colorimetrically in each aliquot. From the difference between the amounts of thiocyanate formed—which corresponds to 98.4% of the trithionate—the trithionate can be calculated.

---

* Part. I.: URBAN, P. J.: Z. analyt. Chem. **179**, 415 (1961).

It is also known that thiosulphate reacts slowly with cyanide, and that it is formed during the cyanolysis of polythionates above trithionate according to the reaction:

$S_nO_6^{2-} + (n-3)\ CN^- + 2OH^- = S_2O_3^{2-} + SO_4^{2-} + (n-3)\ SCN^- + H_2O$

where $n \geq 3$.

To avoid interference from thiosulphate, use is again made of the fact that cupric chloride catalyses its cyanolysis, making it practically instantaneous[3]. Fortunately cupric chloride does not catalyse the cyanolysis of trithionate, a fact which makes the method possible in the presence of thiosulphate and other polythionates.

No interference will arise from free thiocyanate which will give the same absorbance of light independent of the time of cyanolysis used.

Experimental

Apparatus and Reagents. The following experiments were used. Beckman Model DU spectrophotometer with glass cells; 100 ml standard flask coated with Krylon black acrylic spray, except for small vertical areas on opposite sides near the top graduation; timing device(s) capable of measuring 2 min and 16 hours with accuracy.

5% (W/V) NaCN Solution. Dissolve 50.0 g A.R. NaCN in distilled water and dilute to 1 litre.

0.2 M $CuCl_2$ Solution. Dissolve 34.10 g Analar $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ in distilled water and dilute to 1 litre.

Mixed $Fe(NO_3)_3$-HNO_3 Solution. Dissolve 300 g A.R. $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ in distilled water, add 400 ml (55%) HNO_3 solution and dilute to 1 litre.

Procedure. Indroduce equal aliquots of up to 50 ml of the sample solution which should be neutral (Note 1) into two 100 ml opaque flasks (Note 2), and dilute if necessary to about 50 ml with distilled water. Add 5 ml 5% NaCN solution to each sample and mix by swirling. After 2 min halt the cyanolysis of one sample by adding 5 ml of 0.2 M $CuCl_2$ solution with mixing (Notes 3 and 4). After 16 hours halt the cyanolysis of the other sample in the same way (Note 5). Wash down the $CuCl_2$ solution into the flask. As soon as possible after adding the $CuCl_2$ solution, add 5 ml of mixed ferric nitrate-nitric acid reagent, dilute to the mark and mix well.

Preparation of Reagent Blanks. A fresh reagent blank is prepared for the measurement of each of the aliquots of the sample (Note 6). The $CuCl_2$ reagent is not added to the reagent blank solutions (Note 7).

Measurement of Transmittancy. Measure the ferric-thiocyanate colour as soon as possible after development, using suitable cells, a wavelength of 460 nm and a reagent blank in the reference cell. The thiocyanate in each aliquot is found by the use of a calibration curve (Note 8).

Note 1. If necessary the aliquot must be accurately neutralized with 10% ammonia and/or 10% acetic acid solution to phenolphthalein indicator, before transfer to an 100 ml opaque flask. NaOH solutions should not be used for neutralization as they may give rise to trithionate by alkaline decomposition of polythionates above trithionate in the sample.

Note 2. If thiocyanate, thiosulphate and polythionates above trithionate are absent, the cyanolysis for 2 min may be omitted.

Note 3. The addition of $CuCl_2$ reagent makes the solution slightly acid. This halts the cyanolysis of polythionates. The $CuCl_2$ catalyses the cyanolysis of thiosulphate.

Note 4. If the solution is not mixed during and after the addition of the $CuCl_2$ reagent, an insoluble precipitate is formed.

Note 5. The 16 hour cyanolysis is conveniently carried out overnight.

Note 6. The optical density of the reagent blanks has been found to change slightly on standing.

Note 7. The addition of $CuCl_2$ to reagent blanks was found to give rise to erratic transmittancy results. A precipitate is formed which dissolves with difficulty.

Note 8. The preparation of the calibration curve is described later in this paper.

Calculation. The thiocyanate formed which corresponds to 98.4% of the trithionate is given by the difference between the two amounts of thiocyanate found. The figure of 98.4% is derived from the fact that the cyanolysis of trithionate is 1.6% complete in the 2 min reaction and 100% complete on the 16 hour reaction. (The cyanolysis of other polythionates is complete in 2 min).

The concentration of trithionate present may be calculated by the expression:

$$\text{mg } S_3O_6^{2-}\text{/litre} = \begin{pmatrix}\text{mg } SCN^- \text{ equivalent to} \\ 98.4\% \text{ of the } S_3O_6^{2-}\end{pmatrix} \cdot \frac{100}{98.4} \cdot \frac{192.2}{58.08} \cdot \frac{1000}{A}$$

$$= \begin{pmatrix}\text{mg } SCN^- \text{ equivalent to} \\ 98.4\% \text{ of the } S_3O_6^{2-}\end{pmatrix} \cdot \frac{3366}{A}$$

where A = aliquot in ml of sample used; 192.2 = formula weight of $S_3O_6^{2-}$; 58.08 = formula weight of SCN^-.

Preparation of a Calibration Curve. A dilute ± 0.002 N NH_4SCN solution was prepared and standardised. Accurate aliquots up to 10 ml of this solution diluted to 60 ml were treated with 5 ml 5% NaCN solution, 5 ml 0.2 M $CuCl_2$ solution and 5 ml mixed $Fe(NO_3)_3$-HNO_3 solution and the ferric-thiocyanate colour measured, exactly as in the above procedure. The results are given in Table 1.

Table 1. *Calibration Data. Colorimetric Method for Trithionate. 0.00198(7) N NH_4 SCN solution used*

SCN^- Solution ml	SCN^- Present mg	% Transmittancy (1 cm cell)	SCN^- Solution ml	SCN^- Present mg	% Transmittancy (1 cm cell)
1	0.115	84.0	7	0.807	35.9
2	0.231	73.1	8	0.922	31.2
3	0.346	63.1	10	1.153	23.3
5	0.577	47.4			

When these results are plotted graphically*, a straight line going through 97—98% transmittancy is obtained. The experiment was repeated two more times under identical conditions, confirming the above calibration data.

Calibration data were also obtained in triplicate with solutions of sodium thiosulphate crystals[2]; these gave a straight line through 100% transmittancy and displaced from the above curve. This indicates that, under these conditions, conversion of thiosulphate to thiocyanate is not

* Using logarithmic graph paper.

quantitative, but is about 90% complete. Since the method depends on measurement of amounts of thiocyanate formed after different times of cyanolysis, calibration data obtained with SCN^- solution, such as in Table 1, must be used.

Table 2. *Behaviour of SCN^- in the presence of $K_2S_4O_6$. Use of Calibration Data obtained with NH_4SCN*

$K_2S_4O_6$ solution ml	NH_4SCN solution ml	Total SCN^- found mg	Free SCN^- found mg *	Free SCN^- added mg
1	—	0.282	—	—
1	3	0.622	0.340	0.346
1	5	0.855	0.573	0.577
1	8	1.196	0.914	0.923
2	—	0.584	—	—
2	2	0.807	0.223	0.231
2	3	0.928	0.344	0.346
2	5	1.156	0.572	0.577

* By difference of the SCN^- formed from $K_2S_4O_6$ only and the total SCN^- found.

Table 3. *Analysis of $K_2S_3O_6$-Effect of $K_2S_4O_6$*

$K_2S_3O_6$	$K_2S_4O_6$	Reaction Time		Total SCN^- found	mg SCN^- formed from $S_3O_6^{2-}$		Error
ml	ml	hours	min	mg	found	calculated	%
3	—	16	—	0.228	0.228	0.241	− 5
5	—	16	—	0.408	0.408	0.403	+ 1.2
7	—	16	—	0.570	0.570	0.565	+ 0.9
10	—	16	—	0.826	0.826	0.806	+ 4.0
3	5	16	—	0.378	0.243	0.241	+ 0.8
3	5	—	2	0.135			
5	5	16	—	0.554	0.412	0.403	+ 2.2
5	5	—	2	0.142			
7	5	16	—	0.715	0.576	0.565	+ 1.9
7	5	—	2	0.139			
10	5	16	—	0.952	0.803	0.806	− 0.4
10	5	—	2	0.149			
3	15	16	—	0.668	0.238	0.241	− 1.2
3	15	—	2	0.430			
5	15	16	—	0.829	0.397	0.403	− 1.5
5	15	—	2	0.432			
7	15	16	—	1.01	0.571	0.565	+ 1.1
7	15	—	2	0.434			

In the next experiment, the effect of the presence of tetrathionate on the determination of thiocyanate by the above procedure was examined (see Table 2).

From the results in Table 2 it is clear that $K_2S_4O_6$ does not affect the SCN^- determined using the calibration curve obtained with NH_4SCN

solution. Hence it seemed probable that this curve would also be suitable for determination of the SCN^- formed from trithionate in the presence of other polythionates, and thus for the determination of trithionate.

Application of the Method for Trithionate Determination, both with and without Tetrathionate present. Solutions of $K_2S_3O_6$ (99.4% pure, 0.2 g per 500 ml) and $K_2S_4O_6$ (99.5% pure, 0.04 g per 500 ml) were prepared. Various aliquots of these solutions were treated by the above procedure, using times of cyanolysis of 2 min and 16 hours. The results are given in Table 3.

From Table 3, the good agreement between the calculated and the experimental values of the thiocyanate formed from the trithionate is proof that this method is suitable for the determination of trithionate independent of the presence of tetrathionate. Since the higher polythionates behave in the same way as tetrathionate on cyanolysis, it is deduced that they too will not interfere with the determination of trithionate by this method.

The errors obtained are of the order of $\pm(1-2\%)$, in spite of the results being dependent on the measurement of differences in amounts of thiocyanate formed by means of an instrument which itself gives errors of the order of $\pm 0.5\%$.

Summary

Kinetic studies on the cyanolysis of the potassium salts of the polythionic acids have shown that $K_2S_3O_6$ is cyanolysed much more slowly than $K_2S_4O_6$ and higher polythionates. Use has been made of this fact for developing a new colorimetric method for trithionate. The method depends on determination of the amounts of thiocyanate formed after different times of cyanolysis. The thiocyanate is determined as its red ferric complex. Thiocyanate, thiosulphate and polythionates above trithionate do not interfere.

References

[1] KURTENACKER, A.: Analytische Chemie der Sauerstoffsäuren des Schwefels. Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart 1938. — [2] URBAN, P. J.: Thesis submitted for PhD, 1958. University of the Witwatersrand, Milner Park, Johannesburg. — [3] URBAN, P. J.: Z. analyt. Chem. **179**, 415 (1961).

Dr. P. J. URBAN, c/o Industrial Distributors (1946) Ltd., P.O. Box 916, Johannesburg (South Africa)

Aus der Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlem

Untersuchungen über die qualitative und quantitative Bestimmung der Zucker mit Hilfe der Kieselgelschicht-Chromatographie

II. Mitteilung*

Von
G. Pastuska

(Eingegangen am 19. Dezember 1960)

Die erheblichen Vorzüge dieses chromatographischen Verfahrens, die hohe Trennschärfe, die kurzen Laufzeiten und die Möglichkeit, mit aggressiven Reagentien zu entwickeln, veranlaßten uns, die Trennung der Zucker auf Kieselgelschichten durchzuführen. Besonders günstig ist diese Arbeitsmethode für die Untersuchung von Glykosidspaltungen durch Säuren, da die Chromatogramme durch Säuren nur wenig gestört werden.

Günstige Trennungen der Zucker können erreicht werden, wenn das Kieselgel mit Borsäure „präpariert" wird.

Die Entwicklung der Chromatogramme kann bei reduzierenden Zuckern in der bekannten Art mit Anilinphthalat erfolgen. Vor allem im UV sind geringste Zuckermengen, auch in Gegenwart von Säuren (z. B. HCl aus der Hydrolyse eines Glykosids), an der starken gelben Fluorescenz erkennbar. Als besonders günstig erwies sich jedoch die Methode von Forsyth[1] und Partridge[3], die von uns modifiziert wurde. Die Zucker werden durch Säureeinwirkung zu Furfurolderivaten dehydratisiert. Diese Furfurole geben mit Naphthoresorcin (1,3-Dihydroxynaphthalin) besonders charakteristische und empfindliche Farbreaktionen. So können die Zucker schon an den verschiedenen Farbflecken erkannt werden.

Die gegen die Einwirkung von Chemikalien unempfindliche Kieselgelschicht erlaubt es auch, die erkannten Zucker direkt aus dem Chromatogramm quantitativ zu bestimmen. Derartige Bestimmungen auf Glasfaserpapier wurden vor einigen Monaten von Jayme u. Hahn[2] beschrieben. Jedoch dürfte die Kieselgelschicht für diese Bestimmungen besser geeignet sein, da sie im Vergleich zu Glasfaserpapier sehr viel widerstandsfähiger gegen mechanische Beanspruchung ist.

Die Bestimmung beruht auf der Methode der „Naßverbrennung" der Zucker durch Kaliumdichromat. Ein derartiges Verfahren ist zur

* 1. Mitteilung: Pastuska, G.: diese Z. **179**, 355 (1961).

Bestimmung der β, γ-Cellulose und des Holzgummis weit verbreitet. Die Genauigkeit der Methode entspricht der von Jayme angegebenen. Die Fehlergrenze ist kleiner als $\pm 5\%$.

Versuchsausführung

1. Chromatographie. Als Träger für das Adsorptionsmittel dienen Glasplatten von 6×12 cm Größe. Auf jede Platte werden 4 g Kieselgel G (Merck) in 6 ml 0,1 n Borsäurelösung als dünnflüssiger Brei, möglichst gleichmäßig und frei von Luftblasen, manuell aufgetragen. Die Platten werden 45 min an der Luft und dann 30 min bei 105° C getrocknet. Die Schichtdicke beträgt etwa 0,9 mm.

Die Startpunkte der Substanzen werden mit einem harten Stift in die Schicht eingeritzt. Je 2 Platten werden senkrecht in das Elutionsmittel gestellt und aufsteigend chromatographiert. Der Bedarf an Fließmittel ist gering, für 2 Platten sind 20 ml völlig ausreichend; das Verfahren ist also sehr wirtschaftlich. Als mobile Phase eignen sich besonders Benzol-Eisessig-Methanol (1:1:3) und Methyläthylketon-Eisessig-Methanol (3:1:1). Es werden jeweils 40 μg Zucker aufgetragen. Die Laufzeit beträgt etwa 45 min. Wenn die gewünschte Steighöhe (10 cm) erreicht ist, trocknet man die Chromatogramme im Warmluftstrom (Föhn). Entwickelt werden die Chromatogramme entweder mit Anilinphthalat, dabei liegt die Nachweisgrenze unter 4 μg, oder dadurch, daß man die Platten mit einem 1:1-Gemisch von 20%iger Schwefelsäure und 0,2%iger Naphthoresorcinlösung in Äthanol besprüht und bei 105° C trocknet. Sowohl Monosaccharide als auch Disaccharide und Uronsäuren sind durch charakteristische Farbflecken erkennbar, vor allem bei Verwendung von Benzol-Methanol-Eisessig als Fließmittel. Die Fehlergrenze der R_f-Werte beträgt $\pm 0{,}02$.

2. Quantitative Bestimmung. Auf dem getrockneten Chromatogramm wird mit Hilfe des R_f-Wertes die Lage des Zuckers bestimmt. Bei einer Steighöhe von 10 cm kann der R_f-Wert sehr bequem an einem Maßstab abgelesen werden.

Nun wird ein genügend großes Flächenstück aus der Kieselgelschicht herausgeschabt und mit einem 2fachen Überschuß an Kaliumdichromatlösung 60 min im Wasserbad auf 95° C erhitzt.

Daneben wird dem Chromatogramm ein flächengleiches Stück entnommen, welches keinen Zucker enthält (Blindwert). Dieses Stück muß in der gleichen Entfernung vom Startpunkt entnommen werden, wie das Stück mit dem zu bestimmenden Zucker. Dazu trägt man zweckmäßig die Zuckerlösung nur über die halbe Platte auf, die freie Hälfte dient zur Bestimmung des Blindwertes. Der Blindwert wird nun mit Kaliumdichromatlösung versetzt und ebenso behandelt wie die Bestimmung. Beide Proben werden gemeinsam abgekühlt, mit 20 ml Wasser verdünnt, und jeder Probe werden 5 ml 5%ige KJ-Lösung zugesetzt. Nach genau 2 min wird das ausgeschiedene Jod mit 0,01 n Thiosulfatlösung gegen Stärke zurücktitriert. Die Zuckermenge soll etwa 0,5 mg betragen.

Saure Dichromatlösung. Es wird eine 0,05 oder 0,01 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung in 70 Gew.-%iger Schwefelsäure hergestellt (2,45 bzw. 0,49 g $K_2Cr_2O_7$/l). Wird diese Lösung nach dem Ansetzen 30 min auf 70—80° C gehalten, so bleibt der Titer 3 Tage konstant.

1 ml entspricht theoretisch 0,338 (0,068) mg Cellulose; 0,375 (0,075) mg Hexose oder 0,485 (0,097) mg Uronsäure. Der Umsatz ist jedoch nicht quantitativ, sondern vollzieht sich nur zu 97—98%. Die Verhältnisse sind aber für Hexosen, Pentosen und Uronsäuren gleich. Wird die Dichromatlösung an Glucose geeicht, so entfällt der Fehler.

Eichung. Es wird eine frische 2%ige Glucose- oder Glucuronsäurelösung wie eine normale Bestimmung behandelt. Aus dem Dichromatverbrauch ergibt sich der Titer der $K_2Cr_2O_7$-Lösung. 1 ml 0,01 $Na_2S_2O_3$-Lösung entspricht 0,4903 mg $K_2Cr_2O_7$.

Tabelle

	Chromatographiert mit			
	Benzol-Eisessig-Methanol		Methyläthylketon-Eisessig-Methanol	
	R_f	Farbe mit Naphthoresorcin	R_f	Farbe mit Naphthoresorcin
D(+)Glucose	0,63	blauviolett	0,42	violett
D(+)Mannose	0,58	hellblau	0,32	blaugrün
D(+)Galaktose	0,55	blauviolett	0,32	graugrün
L(+)Arabinose	0,62	blaugrün	0,42	blaugrün
D(+)Xylose	0,59	hellblau	0,39	blau
L(+)Rhamnose	0,67	grün	0,52	blaugrün
D(−)Fructose	0,52	rotschwarz	0,31	rotbraun
L(−)Sorbose	0,51	rot	0,24	rotbraun
Saccharose	0,63	rot	0,29	rotbraun
Lactose	0,56	rotviolett	0,25	graublau
D(+)Glucuronsäure	0,48	blau	0,34	blau
D(+)Galakturonsäure	0,36	blau	0,10	blaugrün

Die vorstehende Tabelle gibt einen Überblick über die R_f-Werte und die Farbreaktionen mit Naphthoresorcin.

Zusammenfassung

Es wird ein einfaches Verfahren zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von Zuckern mit Hilfe der Kieselgelschicht-Chromatographie beschrieben. Die Methode ist in hohem Maße wirtschaftlich durch den geringen Bedarf an Elutionsmittel und den geringen Zeitaufwand. Die quantitativen Bestimmungen können in kurzer Zeit, direkt aus dem Chromatogramm heraus, durchgeführt werden. Die Genauigkeit der Analysen ist sehr gut.

Diese Arbeit konnte mit Hilfe von Forschungsmitteln aus dem ERP-Sondervermögen durchgeführt werden; mein Dank gilt den hierfür zuständigen Dienststellen. Ebenso danke ich Fräulein Helga Trinks für die Durchführung der Versuche.

Literatur

[1] Forsyth, W. G. C.: Nature (London) **161**, 239 (1948). — [2] Jayme, G., u. G. Hahn: Angew. Chem. **72**, 520 (1960). — [3] Partridge, S. M.: Biochemic. J. **42**, 238 (1948).

Dr. G. Pastuska, Bundesanstalt für Materialprüfung,
Berlin-Dahlem, Unter den Eichen 87

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Atmosphärische Luft. *Zur Bestimmung und zum Nachweis von Verunreinigungen in kleinen Luftproben* (2—3 mg in 1 m³) erscheint die Ringofentechnik nach WEISZ[1] besonders geeignet. Schwierigkeiten bereitet die quantitative Überführung der an den verschiedenen Filtern gesammelten Verunreinigungen auf das Ringofenfilter. P. W. WEST, H. WEISZ, G. C. GAEKE jr. und G. LYLES[2] gehen wie folgt vor: Aus dem Papierfilter, auf dem die Partikelchen gesammelt worden sind, schneidet man ein Dreieck mit einer Kantenlänge von etwa 1,2 cm aus und befestigt es mit 6 winzigen Leimtröpfchen (Ecken und Mitten der Seiten), die mit einer Nadel aufgetragen werden, mitten auf dem Ringofenfilter (Whatman Nr. 40). Als Klebestoff eignet sich Duco cement oder eine acetonische Celluloselösung. Das Filter wird nun mit dem Dreieck obenauf auf dem erhitzten Ringofen (2,2 cm ⌀) befestigt. Dann gibt man 8—10mal je 5 µl 0,1 n Salzsäure in der Mitte auf. Die zu untersuchenden Substanzen befinden sich danach in einem konzentrischen Ring. Zum Nachweis wird das Filter in mehrere Segmente aufgeteilt und mit geeigneten Reagentien besprüht. Bei Sammelfiltern aus Leinen, Baumwolle, Seide, Acetatseide, Nylon, Dacron und Glasfasern wird genauso verfahren. Bei Filtern aus Cellulose wird das Dreieck mit einem winzigen Tropfen Aceton an der Unterseite des Ringofenfilters angeklebt, da solche Filter für wäßrige Lösungen fast undurchlässig sind. Für *Al*, *Cd*, *Cr*, *Co*, *Cu*, *Fe*, *Pb*, *Mn*, *Ni* und *Zn* werden Tüpfelnachweise angegeben, die von WEISZ[3] entwickelt worden sind. Die Nachweisgrenzen liegen bei 0,01 µg. Zur quantitativen oder halbquantitativen Bestimmung stellt man sich Standardringe (0,1—1 µg) und 3 Proberinge her, die in dem entsprechenden Bereich liegen. Man bestimmt die Einzelkonzentrationen der 3 Proben und mittelt über alle drei.

[1] WEISZ, H.: Mikrochim. Acta **1954**, 140; vgl. diese Z. **145**, 31 (1955). — [2] Analyt. Chemistry **32**, 943—946 (1960). Coates Chem. Labs., State Univ. und Kem-Tech. Labs., Inc., Baton Rouge, La. (USA). — [3] WEISZ, H.: The Ring Oven Methods, Pergamon Press, London, in press. MARGOT ZIMMERMANN

Eine Anordnung zur kontinuierlichen Messung des Radongehaltes der Luft wird von D. BLANC, J. FONTAN und G. VEDRENNE[1] angegeben. Die durch eine Pumpe (10 m³/Std) angesaugte Luft passiert zwei hintereinanderliegende Feinfilter (Wirksamkeit $> 99\%$), durch die die festen radioaktiven Verunreinigungen zurückgehalten werden, und gelangt dann in eine Zerfallskammer, deren Volumen zwischen 200 und 1000 l variiert werden kann, was Verweilzeiten bis zu 400 sec entspricht. Die hier gebildeten festen Zerfallsprodukte des Radons werden auf einem dritten Feinfilter abgeschieden, das vor einem ZnS(Ag)-Scintillator montiert ist. Durch Eichung der Apparatur mit einer Ra-Quelle (100 µc $RaBr_2$ in wäßriger Lösung) wurde die Zählausbeute zu 1% mit einer maximalen Schwankungsbreite von $\pm$ 10 Rel.-$\%$ ermittelt. Die Nachweisempfindlichkeit der Anordnung liegt bei $1{,}4 \cdot 10^{-14}$ c/l Luft.

[1] C. R. Acad. Sci. **250**, 3629—3631 (1960). Centr. de Physique nucléaire, Fac. Sci., Toulouse (Frankreich). K. H. NEEB

Die Bestimmung von Benzol, Toluol und Xylol nebeneinander in der Luft beschreibt E. G. Kačmar[1]. Benzol wird zur Dinitroverbindung nitriert, reduziert, diazotiert und mit p-Phenylendiamin gekuppelt. Toluol wird zu Trinitrotoluol nitriert, reduziert und mit diazotierter Sulfanilsäure gekuppelt. Zur Bestimmung von Xylol wird das Gas durch eine Silicagelsäule gesaugt. Die einzelnen Komponenten können dann getrennt eluiert werden. Die zu untersuchende Luft wird (10—12 l/Std) durch ein Absorptionsrohr geleitet (Füllung: 4 g Silicagel „ASK", mit heißem Wasser gewaschen und 4 Std bei 150—160° C getrocknet). Dann wird bei 8—10° C durch Durchleiten von 9 l reiner Luft (Geschwindigkeit 10—12 l/Std) Benzol eluiert und in 2 ml 10%iger Nitriersäure aufgefangen. Danach werden weitere 18 l Luft durch die Trennsäule gesaugt, wodurch das absorbierte Toluol eluiert wird, welches ebenfalls in 2 ml 10%iger Nitriersäure aufgefangen wird. Zur Austreibung des absorbierten Xylols wird die Trennsäule auf 80° C erhitzt und mit 10—12 l Luft eluiert. Das entweichende Xylol wird ebenfalls in 2 ml 10%iger Nitriersäure aufgefangen. Die nun Benzol als Dinitrobenzol enthaltende Lösung wird mit metallischem Zink reduziert, in Gegenwart von konz. Salzsäure mit 1%iger Natriumnitritlösung diazotiert und dann mit p-Phenylendiamin gekuppelt. Die Extinktion der dunkelgelb gefärbten Lösung wird bestimmt und der Gehalt an Benzol an Hand einer Eichkurve ermittelt (Bereich: 5—50 μg in 6—8 ml der gefärbten Lösung). Das in der Nitriersäure absorbierte Toluol wird durch Erwärmen zum Trinitrotoluol nitriert, mit Zinkstaub reduziert und mit diazotierter Sulfanilsäure gekuppelt. Aus der Extinktion der gelb gefärbten Lösung läßt sich an Hand einer Eichkurve (10—50 μg in 6,5 ml) der Gehalt an Toluol ermitteln. 50% Benzol und 100% Xylol (bezogen auf die Toluolmenge) stören die Bestimmung nicht. Mehr als 50 μg Äthyl- bzw. Amylacetat sowie mehr als 700 μg Aceton stören. Benzol, Toluol und Xylol können in den Eluaten auch nach der Methode von Janovsky bestimmt werden.

[1] Gig. i Sanit. **25**, Nr. 5, 58—62 (1960) [Russisch]. Forsch.-Inst. f. Sanitäts- u. Hygienewesen, Moskau (UdSSR). H. Wunderlich

Wasser. *Zur Bestimmung von Seltenen Erden, Erdalkalien und Alkalien sowie einiger anderer Elemente (Ruthenium, Uran, Plutonium, Zirkonium, Niob), wie sie als Spaltprodukte in Wasser vorhanden sein können,* verwenden H. Tsubota und Y. Kitano[1] einen Kationenaustauscher (Dowex 50 x 8) in H-Form und eine Formiatpufferlösung. — *Vorschrift.* Die zu untersuchende schwach salzsaure Lösung wird auf eine Säule von 1×8 cm gebracht (Austauscher 100—150 mesh). *Ruthenium* wird durch etwa 20 ml 0,2 n Salzsäure eluiert, wobei etwa anwesendes *Tellur* und *Jod* mitgehen. Nach dem Waschen mit Wasser werden *Zirkonium, Niob* und *Uran* gemeinschaftlich durch 50—70 ml 0,5 n Oxalsäurelösung eluiert. Nun läßt man nach dem Waschen mit Wasser 110 ml Formiatpufferlösung [7 Teile 1 m Ameisensäure (I) + 3 Teile 1 m Ammoniumformiat (II), p_H 3,2, eingestellt gegen Thymolblau] durchlaufen, wobei das *Caesium* zwischen 50 und 110 ml erscheint. Durch 170 ml Pufferlösung p_H 3,8 (4 Teile I + 6 Teile II) werden alle *Seltenen Erden* zwischen 50 und 170 ml eluiert. Dieses Eluat wird eingedampft, und die salzsaure Lösung des Rückstandes wird auf eine Säule von 1×20 cm (Austauscher 200 bis 250 mesh) gebracht. Die gebundenen Seltenen Erden werden durch Pufferlösung p_H 3,8 in die Yttrium- und Cergruppe aufgetrennt. Die Cergruppe kann durch Pufferlösung p_H 3,6 (1 Teil I + 1 Teil II) weiter zerlegt werden in *Promethium, Praseodym* und *Cer.* Nun wird auf der ersten Säule *Strontium* durch 100—120 ml Pufferlösung p_H 4,2 (2 Teile I + 8 Teile II) eluiert und dann Barium durch 100 ml 2 m Ammoniumformiatlösung. Die Radionuklide werden durch Zählrohrmessungen bestimmt. — *Eisen(III)-ion* wird durch die Pufferlösung p_H 3,2 vor dem Caesium vollständig eluiert, ehe Thymolblau im Eluat von Rot nach Gelb umschlägt.

Das gleiche System verwenden H. Tsubota und Y. Kitano[2] zur *Trennung der Alkali- und Erdalkalimetalle.* Die Benutzung von Formiat als Eluiermittel ist vorteilhaft, weil Ameisensäure und Ammoniumformiat leicht verflüchtigt werden können, ehe die Endbestimmung der Elemente ausgeführt wird. Es hinterbleibt nämlich nach dem Eindampfen der Eluate unter einer Infrarotlampe nur Alkaliformiat, das durch wenig Salzsäure in das Chlorid verwandelt wird. Dessen Chloridgehalt wird argentometrisch mit einem Fluorescenzindicator bestimmt und auf das Alkalimetall umgerechnet. Auch die flammenspektroskopische Bestimmung ist ohne Vertreibung des Formiats möglich, da Störung erst in einer Lösung eintritt, die stärker als 0,5 m an Ammoniumformiat ist. Die Bestimmung der Erdalkalimetalle kann durch Titration mit ÄDTA erfolgen, wenn das Eluat mit Ammoniak gegen Thymolblau bis zu dessen Umschlag nach Blau versetzt und Eriochromschwarz T als Indicator benutzt wird. — *Vorschrift.* Das Gemisch der Alkali- und Erdalkalimetalle wird auf eine Säule mit Dowex 50×8 (100—150 mesh) in H-Form, 1,1×10 cm, gebracht. Die Durchlaufgeschwindigkeit des Elutionsmittels beträgt 2 ml/min. Man läßt zuerst 100 ml 0,2 m Ammoniumformiatlösung durchlaufen und wechselt dann auf 0,1 m Ammoniumformiatlösung über, von der 50 ml das *Natrium* eluieren. Danach werden durch 100 ml Pufferlösung p_H 3,2 (siehe umstehend) *Kalium* und *Cäsium* gemeinsam abgelöst. Mit 100 ml Pufferlösung p_H 4,0 wird *Magnesium* und dann mit derselben Menge Lösung p_H 4,1 *Calcium* eluiert. Schließlich werden *Strontium* bzw. *Barium* durch je 100 ml Pufferlösung p_H 4,4 bzw. 2 m Ammoniumformiat abgelöst. *Kalium* und *Cäsium* werden getrennt, indem sie auf einer anderen Säule von 15 cm Länge durch 0,5 n Salzsäure chromatographisch eluiert werden. Es erscheint zuerst Kalium, dann Cäsium. In der Menge von etwa je 0,5 mval jedes Elementes werden recht gute Ergebnisse erzielt.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **33**, 765—769 (1960). Nagoya Univ., Chigusa-ku, Nagoya (Japan). — [2] Bull. chem. Soc. Japan. **33**, 770—775 (1960). R. Klement

Für eine photometrische Bestimmung des Titans in Hochtemperaturlegierungen benutzen N. M. Silverstone und B. B. Bach[1] die Gelbfärbung der Pertitansäure. Vom Molybdän, dessen Peroxydkomplex ebenfalls gelb gefärbt ist, wird mit Pyridin getrennt. Thioglykolsäure verhindert dabei die Mitfällung von Chrom und Eisen[2]. — *Arbeitsweise.* 0,2 g Probegut werden mit 5 ml Perchlorsäure (D 1,54) in bedecktem Becherglas gelöst und 2—3 min zur Oxydation von Chrom abgeraucht. Nach dem Abkühlen verdünnt man mit heißem Wasser auf etwa 100 ml, fügt 1 g NH_4Cl, etwas Filterbrei und 8 ml Pyridin zu, läßt kochen, die Fällung absitzen, filtriert durch einen Filterpfropfen und wäscht gut mit heißer 10%iger NH_4Cl-Lösung. Die Fällung wird durch den Filterpfropfen mit kochender 50%iger Salzsäure in das zuerst benutzte Becherglas unter Nachspülen mit heißem Wasser zurückgelöst. Zu dieser Lösung gibt man etwas Filterbrei, 10 ml 20%ige Thioglykolsäurelösung, macht ammoniakalisch und fügt noch 2—3 ml Ammoniak im Überschuß zu. Man kocht wieder, läßt die Fällung absitzen, filtriert durch einen Filterpfropfen und wäscht mit heißer Waschlösung (20 ml 20%ige Thioglykolsäure, 50 ml Ammoniak D 0,880 auf 1 Liter) nach. Fällung und Glas werden einmal mit heißem Wasser gewaschen. Dann wird der Niederschlag mit 40 ml kochender 25%iger Schwefelsäure (im benutzten Becherglas ansetzen) in einen 100 ml-Meßkolben gelöst, wobei man mehrfach mit kleinen Mengen heißen Wassers nachwäscht. Man läßt auf Zimmertemperatur abkühlen, fügt 2 ml Wasserstoffperoxyd (100 Vol.) zu und füllt auf. Man photometriert bei 410 nm gegen eine Blindlösung (40 ml 25%ige Schwefelsäure und 2 ml Wasserstoffperoxyd auf 100 ml auffüllen). Empfohlen wird die Benutzung des Uvispek-Spektralphotometers (Hilger), einer

Spaltbreite von 0,1 mm und 2 cm-Küvetten. Nach dem Verfahren wurden *Nimonic-Legierungen* untersucht und Standardabweichungen von 0,01% bei Ti-Gehalten von 1,3—1,9% erzielt.

[1] Metallurgia (Manchester) **62**, 81—82 (1960). Developm. Res. Dep. Lab., The Mond Nickel Co., Ltd. (England). — [2] JEWSBURY, A., u. G. H. OSBORN: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 642 (1949); vgl. diese Z. **134**, 119 (1951/52).

S. ECKHARD

Für die Bestimmung kleiner Beimengungen von Wismut und Blei in Kupfer und Messing schlägt R. SOCOLOVSCHI[1] die getrennte Extraktion der beiden Metalle mit Dithizon in Chloroformlösung bei unterschiedlichem p_H-Wert und darauffolgende colorimetrische Bestimmung in den Chloroformphasen vor. Als Komplexbildner für die vorhandenen Metalle werden Citrat, KCN und Ammoniak zugesetzt. — *Ausführung.* Man löst 1 g Probe in möglichst wenig Salpetersäure (D 1,4), vertreibt die Stickoxyde durch Kochen, filtriert (wenn nötig) und versetzt die klare Lösung mit wenig Wasser sowie mit 35 ml 40%iger Ammoniumcitratlösung. Nun neutralisiert man nahezu mit konz. Ammoniak, kühlt und gibt 20%ige KCN-Lösung in einer Menge zu, die um 1 ml größer ist als die zur Bindung von Cu und Zn gerade erforderliche Menge. Die Lösung muß nun nach Zusatz von 1 Tr. 0,1%iger alkoholischer Phenolrotlösung rote Farbe zeigen, sonst muß noch Ammoniak zugesetzt werden. Anschließend schüttelt man mit Dithizonlösung (0,03 g in 1 Liter Chloroform) wiederholt aus, bis die organische Schicht nicht mehr rot gefärbt ist. Aus den vereinigten Chloroformextrakten werden Bi und Pb durch Schütteln mit 10 ml n Salpetersäure in die wäßrige Phase reextrahiert. Die organische Schicht wird entfernt, die wäßrige bringt man mit 10%igem Ammoniak und passendem Indicator (Kresolrot, Thymolblau) auf p_H 2 und schüttelt nun das Wismut mit verd. Dithizonlösung (0,01 g in 1 Liter Chloroform) in kleinen Portionen aus, bis der letzte Extrakt die grüne Farbe beibehält. Die Extrakte werden in einem Colorimetrierrohr mit Schliffstopfen vereinigt und mit der verd. Chloroformlösung von Dithizon bis zum Auftreten einer grauen Farbe versetzt. In ein zweites gleichgroßes Colorimetrierrohr gibt man dieselbe Menge Dithizonlösung wie in das erste und titriert mit einer Wismut-Standardlösung (5 µg Bi/ml 0,01 n Salpetersäure) bis zur Farbgleichheit. Der Verbrauch ergibt den Wismutgehalt der Probe. Die nach der Extraktion des Wismuts verbliebene Lösung neutralisiert man mit Ammoniak gegen Lackmuspapier, versetzt mit 20 ml eines Lösungsgemisches von 30 ml 5%iger KCN-Lösung + 15 ml 5%iger Ammoniumcitratlösung + 5 ml konz. Ammoniak + 450 ml Wasser und tropft aus einer Bürette unter ständigem Schütteln eine Dithizonlösung in Chloroform (0,03 g/l) zu, bis eine violette Farbe (freies Dithizon) erhalten wird. Man trennt nun die organische Schicht ab, wäscht sie mit einem Lösungsgemisch von 10 ml 5%iger KCN-Lösung + 5 ml konz. Ammoniak + 500 ml Wasser, bis die Rosafarbe des Bleidithizonates, frei von Dithizon erscheint. Die Extinktion dieser Lösung wird im Pulfrich-Photometer mit Grünfilter gemessen; der Bleigehalt wird einer Eichkurve entnommen.

[1] Rev. Chim. (Bucarest) **11**, 348—349 (1960) [Rumänisch]. A. KURTENACKER

Die Bestimmung von Zink in Cu-, Al- und Zr-Legierungen führen J. A. F. GIDLEY und J. T. JONES[1] flammenabsorptionsspektrometrisch durch. Das Schwergewicht der Untersuchungen liegt bei Zn-Gehalten unter 1%. Lediglich die Zink-Resonanzlinie 2138 Å zeigt Absorption und wird für die Analyse benutzt. Die Einrichtung entspricht der von R. LOCKYER und G. E. HAMES[2] und besteht aus einer 70/30 Messing-Hohlkathodenlampe (40 mA), einem Preßluft-Mekerbrenner und einem Hilger-Uvispek-Spektralphotometer (Spaltbreite 0,18 mm), das mit einem RCA 1P28-Sekundärelektronenvervielfacher ausgerüstet ist. Die Direktmessung

des Lichtes ist ebenso möglich wie die zeitliche Integration. Da kurzzeitige Intensitätsschwankungen der Hohlkathodenlampe beobachtet wurden, wurde bei allen Messungen über 30 sec auf einem 0,2 μF-Kondensator integriert. Alle Halogenwasserstoffsäuren zeigen nach den Messungen der Verff. im Gebiet zwischen 2100 und 2200 Å durch molekulare Absorption verursachte Banden, die in den Tabellenwerken noch nicht verzeichnet sind. Diese Säuren werden daher in den untersuchten Lösungen vermieden. Li, Na, K, Ca, Ba, Sr, Cu, Cd, Pb, Cr, Mn, Fe, Ag, Ti, Zr, P, Sb, B, Al, Bi, Co, Ni, As, Th und Sn in Konzentrationen von 0,1 g in 100 ml Lösung stören die Bestimmung von 0,5 mg Zn nicht. Bei Gegenwart der gleichen Menge Mg wurden nur 0,475 mg Zn wiedergefunden, in Anwesenheit von Si sogar nur 0,285 mg Zn; Si wurde deshalb vor der spektrometrischen Bestimmung aus den Lösungen abgeschieden. In einer Tabelle wird die gute Übereinstimmung zwischen den Werten der flammenabsorptionsspektrometrischen und der gravimetrischen, zum Teil auch polarographischen und titrimetrischen Analyse gezeigt.

[1] Analyst **85**, 249—256 (1960). Metals Div., Kynoch Works, Witton, Birmingham (England). — [2] Analyst **84**, 385 (1959); vgl. diese Z. **174**, 140 (1960). S. Eckhard

Die gleichzeitige spektrophotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen Aluminium und Eisen in hochgereinigtem Magnesium untersuchen K. Motojima, H. Hashitani und K. Katsuyama[1]. Aluminium und Eisen werden in Gegenwart von Wasserstoffperoxyd bei einem optimalen p_H-Wert von 5—5,5 als Oxinate direkt ohne vorhergehende Trennung mit Chloroform extrahiert. Die Extraktionslösung wird mit KCN-Lösung gewaschen, um Cu und Ni zu entfernen. Anschließend wird bei 390 nm (Al) bzw. 470 nm (Fe) die Absorption gemessen. Mit dieser Methode konnten 2 μg Al und 5 μg Fe in 4 g Mg schnell und genau bestimmt werden. Ti stört, da es bei Al mitbestimmt wird, Mo^{6+}, V^{5+}, W^{6+}, Tl^{3+}, Cr^{3+}, Co^{2+} und Mn^{2+} hingegen stören nicht.

[1] Jap. Analyst **9**, 517—520 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Div. Chem., Japan Atomic Energy Res. Inst. (Japan). R. Hönigschmid-Grossich

Die Bestimmung von Wasserstoff in Uran und Zirkonium beschreiben L. Champeix, G. Coblence und R. Darras[1]. Sie haben das klassische Heiß-Extraktionsverfahren auf diese Metalle übertragen und damit gute Ergebnisse erzielt. Ausreichende Extraktionszeiten vorausgesetzt, ist die Gasentbindung aus Uran bei 500° C ebenso vollständig wie bei 800° C; die erforderlichen Extraktionszeiten fallen in diesem Intervall von 150 auf 30 min. Bei einem Probengewicht von 10 g konnten noch 0,013 ml Wasserstoff/100 g erfaßt werden. Beim Zirkonium liegen die Extraktionstemperaturen merklich höher. Etwa gleiche Analysenwerte wurden bei 950° C, 50 min Extraktionszeit, und 1100° C, 25 min, erzielt. Die Arbeit enthält gleichzeitig eine kritische Literaturübersicht über die bisher bekanntgewordenen Bestimmungsverfahren mit insgesamt 30 Zitaten.

[1] Mém. sci. Rev. Métallurgie **57**, 502—510 (1960). Centre d'Etudes Nucléaires, Saclay (Frankreich). S. Eckhard

Über Verfahren zur Bestimmung von Zirkonium in Uran-Fissiumlegierungen berichten H. B. Evans, A. M. Hrobar und J. H. Patterson[1]. Eine Fissiumlegierung, die einen Gleichgewichtszustand erreicht hat und somit einen bevorzugten Brennstoff z. B. für den Reaktor EBR II darstellt, hat etwa folgende Zusammensetzung: 0,10% Zirkonium, 0,01% Niob, 3,42% Molybdän, 0,99% Technetium, 2,63% Ruthenium, 0,47% Rhodium und 0,30% Palladium. Die Zirkoniumbestimmung kann nach zwei Verfahren erfolgen: a) Man fällt Zr, Mo und Pd mit Kupferron und isoliert aus diesem Gemisch Zr durch successive Fällung mit Ammoniak;

b) man fällt zuerst mit Ammoniak, dann mit p-Chlormandelsäure und bestimmt das Zirkonium in jedem Fall spektrophotometrisch als Alizarinsulfonatlack, wobei das Verfahren b) einfacher und schneller durchführbar ist und sich daher besonders für Routineanalysen eignet. — *Ausführung.* Man gibt zu der Einwaage, die 0,15—0,46 mg Zirkonium enthalten soll, 5 ml Wasser und langsam zweimal je 15 ml eines Salzsäure-Salpetersäuregemisches (5:1) und digeriert 30 min lang. Nach dem Abkühlen versetzt man mit 5 ml konz. Schwefelsäure und 3 ml konz. Perchlorsäure und dampft die Perchlorsäure zweimal ab. Legierungen, die mehr als 15% der Fissiumelemente enthalten, löst man in einer Platinschale in konz. Salpetersäure, die 0,2 Mol Flußsäure enthält, und entfernt dann die Flußsäure durch wiederholtes Abrauchen mit Schwefelsäure. — *Verfahren a.* Zu der so vorbereiteten Lösung gibt man 25 ml konz. Schwefelsäure und 250 ml Wasser, kühlt auf etwa 10° C ab und fällt langsam unter Rühren mit 10 ml frisch bereiteter 6%iger Kupferronlösung, saugt ab, prüft im Filtrat durch Zusatz von 2 ml Kupferronlösung die Vollständigkeit der Fällung und wäscht den Niederschlag mit kalter 1,2 m Salzsäure, die 1,5 g Kupferron/l enthält. Den Niederschlag digeriert man dann mitsamt dem Filterpapier auf einer Heizplatte mit 30 ml Salzsäure-Salpetersäuregemisch (1:6), bis die organische Substanz zerstört ist, und raucht mit 6 ml eines Perchlorsäure-Schwefelsäuregemisches (3:2) ab; man bringt die erkaltete schwefelsaure Lösung in ein Zentrifugenröhrchen, fügt 20 mg Uran als Trägersubstanz zu, verdünnt mit 20 ml Wasser, tropft langsam konz. Ammoniak zu, bis ein bleibender Niederschlag entsteht, darüber hinaus noch 1 ml überschüssiges Ammoniak, zentrifugiert von der Lösung, die das Molybdat und den Palladiumaminkomplex enthält, ab und wiederholt diese Fällung zweimal. Dann löst man den Niederschlag mit 10 ml 1,2 m Salzsäure auf dem Wasserbad, verdünnt mit Wasser auf etwa 80 ml, fügt 5 ml 0,05%ige Natriumalizarinsulfonatlösung zu und mißt nach 50 min die Absorption bei 520 nm. Die Standardabweichung beträgt 0,62%. Bis zu 1 g Uran/100 ml Lösung stören die Bestimmung nicht. — *Verfahren b.* Man raucht die gelöste Probe bis fast zur Trockne ab, nimmt mit 2 ml konz. Salzsäure auf und digeriert 2 min lang mit wenig Wasser in der Hitze. Nach dem Abkühlen und Verdünnen auf 15 ml fügt man in einem Zentrifugenröhrchen langsam unter Rühren konz. Ammoniak zu, bis ein leichter Niederschlag entsteht, verdünnt auf 30 ml und versetzt weiter mit Ammoniak, bis die Lösung alkalisch ist, zentrifugiert schnell ab und wiederholt die Fällung. Dann fügt man 2 Tr. Salzsäure/100 mg Uran und noch 2 ml überschüssige Salzsäure zu, verdünnt auf 10 ml, gibt fast beim Sieden 5 ml 2,9%ige p-Chlormandelsäurelösung unter Rühren zu und nach 45 min Digerieren auf dem Dampfbad und Abkühlen durch Eis etwa 20 Tr. 1%iges Aerosol OT und zentrifugiert 5 min lang. Den Niederschlag nimmt man mit einem Gemisch aus 8 Tr. Salpetersäure, 25 Tr. Schwefelsäure und 15 Tr. Perchlorsäure auf, raucht ab, bis die Lösung ruhig geworden ist und noch 15 min darüber hinaus. Man fügt 20 mg Uranylchlorid zu, verdünnt auf 20 ml und fällt Zirkonium und Uran mit Ammoniak. Nach dem Abzentrifugieren löst man den Niederschlag in 10 ml 1,2 m Salzsäure und verfährt wie bei a). Die Standardabweichung beträgt 0,87%. In der Legierung können so noch 0,01% Zirkonium bestimmt werden. Nb, Mo, Sb, Ru, Pd, W, Fe^{III},Al, Th, Rh, Ti, organische Hydroxysäuren, Silicat, Fluorid, Sulfat, Nitrat und Phosphat stören die spektrophotometrische Bestimmung.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 481—483 (1960). Argonne National Lab., Lemont, Ill. (USA). LISELOTT JOHANNSEN

Zur Abtrennung des Rhodiums von Uran, Molybdän, Ruthenium, Palladium und Zirkonium aus Lösungen von Uran-Brennstofflegierungen verwenden J. O. KARTTUNEN und H. B. EVANS[1] ein Ionenaustauschverfahren, nachdem das Uran

mit einer 30%igen Lösung von Tributylphosphat in Tetrachlorkohlenstoff extrahiert worden ist. — *Vorschrift.* Eine Probe der Legierung wird mit einer Lösung von Königswasser, die 0,3 m an Flußsäure ist, übergossen. Nach Abklingen der Reaktion wird gelinde gekocht, bis alles gelöst ist, und dann wird die Lösung zu einem passenden Volumen aufgefüllt. Ein aliquoter Teil, der etwa 100—160 μg Rhodium enthält, wird in einem 30 ml-Becherglas nach Zusatz von 1 ml Perchlorsäure bis zum Rauchen, jedoch nicht bis zur Trockne erhitzt. Nach dem Erkalten spült man die Wände des Glases mit Wasser ab und erhitzt die erhaltene Lösung noch einmal zum Rauchen. Hierbei wird außer Fluorid und Chlorid auch das Ruthenium vertrieben. Nach Zusatz von 10 ml Salpetersäure (1:1) kocht man die Lösung gelinde auf, läßt sie erkalten und füllt sie in einen 60 ml-Scheidetrichter. Das Becherglas wird mit 3 ml Salpetersäure (1:1) nachgespült. Dann wird einmal mit dem gleichen Volumen Tributylphosphatlösung extrahiert und die wäßrige Phase einmal mit der gleichen Menge Tetrachlorkohlenstoff gewaschen. Die wäßrige Lösung wird in das zuvor benutzte Becherglas zurückgebracht und der Scheidetrichter zweimal mit je 3 ml Wasser gespült. Die vereinigten Lösungen werden nach Zusatz von 3 ml konz. Perchlorsäure zum Rauchen erhitzt. Das Abrauchen wird zwei- bis dreimal wiederholt, nachdem jedesmal die Wände des Glases mit Wasser abgespült worden sind. Es muß sorgfältig ausgeführt werden, weil sonst große Fehler entstehen können. Man raucht schließlich bis auf einen Rest von 0,5—0,7 ml ab und läßt erkalten. Wenn das Volumen der Lösung kleiner geworden ist, muß mit Perchlorsäure auf 0,5—0,7 ml ergänzt werden. Zu der perchlorsauren Lösung werden noch etwa 9,5 ml Wasser zugefügt, dann wird gelinde aufgekocht und abgekühlt. Die Lösung wird auf die Austauschersäule gebracht (Dowex 50W x 8, 50—100 mesh, H-Form, 1,5×17 cm), die sie mit einer Geschwindigkeit von 3 ml/min durchlaufen soll. Das Becherglas wird mit frisch bereiteter 5%iger Perchlorsäure ausgespült und die Waschflüssigkeit ebenfalls durch die Säule filtriert. Nun läßt man 75 ml 0,3 m Salzsäure (8 ml/min) durch die Säule laufen und verwirft den das Palladium enthaltenden Durchlauf. Durch 175—200 ml 6 m Salzsäure wird das Rhodium als Chlorokomplex eluiert. Die in einem 250 ml-Becherglas aufgefangene Lösung wird bis etwa 50 ml eingedampft. Nach Überführung in ein 150 ml-Becherglas und Ausspülen des ersten Glases mit Wasser werden der Lösung 5 ml Salpetersäure, 1,5 ml Schwefelsäure und 1 ml Perchlorsäure zugesetzt. Nach dem Erhitzen bis zum Auftreten von SO_3-Nebeln spült man nach dem Abkühlen die Wände des Glases mit Wasser ab und dampft bis auf etwa 0,25—0,5 ml ein. Dann werden 5 ml Salzsäure und 5 ml Wasser zugefügt. Man erhitzt gelinde, fügt zu der warmen Lösung 10 ml 10%ige Zinn(II)-chloridlösung in 10%iger Salzsäure hinzu und kocht auf. Nachdem die Lösung 1 Std auf dem Dampfbad gestanden hat, läßt man sie abkühlen, überführt in einen 50 ml-Meßkolben und füllt mit 2 m Salzsäure auf. Man mißt spektralphotometrisch bei 475 nm gegen eine Blindlösung in einer 5 cm-Küvette. Der mittlere Fehler beträgt etwa 1,5%.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 917—920 (1960). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). R. Klement

Kupfer läßt sich in Bleilegierungen nach B. Alfonsi[1] *elektrolytisch* in einem einzigen Schritt bestimmen, wenn die Legierung weniger als 1,5% Antimon enthält und wenn bei kontrolliertem Potential gearbeitet wird. In *Zinnlegierungen* können ebenso Kupfer und Blei nacheinander analysiert werden. — *Vorschrift.* 5 g Legierung werden mit 20 g Weinsäure und 50 ml Wasser bis zum Auflösen der Weinsäure geschüttelt, dann werden 50 ml einer Lösung zugesetzt, die durch Sättigen von 40%iger Flußsäure mit Borsäure, Filtrieren und Verdünnen mit Salpetersäure (1 + 1) auf das doppelte Volumen hergestellt ist. Anschließend wird durch

vorsichtiges Erwärmen gelöst, so daß schwarze Kupferanteile zuletzt in Lösung gehen und kein Zinn ausfällt. Nach Auflösen werden insgesamt 4—5 g Harnstoff in kleinen Anteilen und 20 ml 60%ige Überchlorsäure zugefügt, man verdünnt dann etwas und läßt abkühlen, filtriert (Doppelfilter Whatman Nr. 41), setzt 10 ml 1%ige Kaliumpermanganatlösung zu, rührt bis zur Entfärbung und verdünnt auf 250—300 ml. Kupfer wird bei einem Kathodenpotential von —0,15 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode abgeschieden. Dabei soll das Elektrodenpotential während der Elektrolyse (30—45 min) bis auf —0,20 V verändert werden. Das abgeschiedene Kupfer wird wie üblich gewaschen und gewogen. Enthält die Legierung mehr als 1,5% Antimon, so wird die Stromstärke am Ende der Elektrolyse für 5—10 min auf 0,1—0,2 A (Platinnetzkathode von 3,5 cm ⌀ und 5 cm Höhe) erhöht, so daß mit Sicherheit sämtliches Kupfer und Antimon abgeschieden sind. Diese Fällung wird in 30 ml Salpetersäure (1 + 3) mit 5 g Weinsäure gelöst. Man erhitzt auf 70—80° C, setzt 1 g Harnstoff zu, verdünnt etwas, setzt außerdem 3 g Bernsteinsäure und 1 g Hydrazinhydrochlorid zu, stellt den p_H-Wert mit Ammoniak auf 4.5—5,0 ein, filtriert, falls erforderlich, und elektrolysiert dann bei —0,45 V. Bei 2% Eisengehalt werden wenig zuverlässige Werte erhalten. — Bei Zinnlegierungen werden 5 g in 50 ml Salzsäure (1 + 1) unter Erwärmen weitgehend gelöst, dann wird unter vorsichtiger Zugabe von konz. Salpetersäure Sn und Sb oxydiert, schließlich das Kupfer aber auch gelöst. Der klaren Lösung werden dann 4—5 g Harnstoff zugesetzt, schließlich 10 g Weinsäure, 2 g Bernsteinsäure und 1 g Hydrazinhydrochlorid, man stellt mit Ammoniak auf den p_H-Wert 4,8—5,2 ein und scheidet dann das Kupfer bei —0,30 bis —0,40 V, anschließend Blei bei —0,60 bis —0,65 V ab. Nach Stromabfall wird jeweils mindestens 15 min unter Spannung belassen. Kupfergehalte von 0,2% sind in allen Fällen zuverlässig bestimmbar.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 431—436 (1960). Res. Control Lab., Auto-Avio, Fiat, Turin (Italien). K. Cruse

Für die Bestimmung von Sauerstoff in Titan nach der Vakuum-Aufschmelzmethode benutzen K. Shimasaki, S. Shindo und K. Hosoda[1] eine Eisen-Zinnbadtechnik. Die Titanprobe wird mit der doppelten Menge an Zinn in den Graphittiegel gegeben, der ein Eisenbad mit 15—30% Zinn enthält. Auf diese Weise wird eine unvollständige Gasextraktion vermieden, die sonst durch die zunehmende Badverfestigung als Folge überschüssigen Kohlenstoffs verursacht wird. Mit diesem Bad, dessen Titangehalt unter 1% bleiben soll (d. h. 3—5 Proben je Tiegelreise), werden bei einer Extraktionstemperatur von 1800—1850° C gute Ergebnisse erzielt. Die erreichte Standardabweichung betrug 4,1%, der Zeitbedarf für die Analyse einer Probe 170 min. Für die Routineanalyse wird eine vereinfachte Apparatur beschrieben.

In einer weiteren Arbeit benutzen K. Shimasaki, S. Shindo und K. Hosoda[2] ein *Platinbad mit etwa 4% Zinn*. Bei einem Badgewicht von 50 g konnten etwa 25 Metallproben ohne Unterbrechung extrahiert werden. Die Extraktionstemperatur betrug 1900—1950° C, die Analysenzeit je Probe lag zwischen 40 -50 min, die erreichte Standardabweichung zwischen 2,2 und 7,9%. Der große Durchsatz ist kennzeichnend für das Verfahren, ebenso wie die geringen Kosten, die nur 40—60% der vorher beschriebenen Technik erreichen, vorausgesetzt, daß das Platin zurückgewonnen wird. Bei einer eventuellen Unterbrechung der Extraktion und Abkühlung des Bades ist kein Tiegelwechsel erforderlich. Die Analyse kann mit gleichguten Ergebnissen wieder weitergeführt werden.

[1] Jap. Analyst **9**, 489—494 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Osaka Titanium Co., Ltd. (Japan). — [2] Jap. Analyst **9**, 494—499 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) S. Eckhard

Zur polarographischen Bestimmung von Bleispuren (20—100 ppm) in Zirkonium wählten D. F. Wood und H. A. Nicholls[1] den Weg über den Bleidiäthyldithiocarbaminatkomplex, wie er ähnlich von R. C. Rooney[2] zur Bleibestimmung in Eisen angegeben wurde, und dessen Analyse mit dem Kathodenstrahlpolarographen. — *Vorschrift.* 0,5 g der Probe werden mit 20 ml Schwefelsäure (1 + 4) und 1 ml Fluoroborsäure unter Erwärmen gelöst. Nach tropfenweiser Zugabe von etwas konz. Salpetersäure (D 1,42) wird 1 min zur Oxydation gekocht. Nach dem Abkühlen werden 5 ml 60%ige Citronensäurelösung zugefügt, es wird mit konz. Ammoniak (D 0,925) neutralisiert, schließlich werden 2 ml Ammoniak im Überschuß zugesetzt. Die Lösung wird abgekühlt, im Schütteltrichter mit 5 ml 20%iger frischer Kaliumcyanidlösung (die zuvor nach Zugabe von 5 ml 0,4%iger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung je 100 ml mit Chloroform ausgeschüttelt ist) und mit 5 ml frischer 0,4%iger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung (0,4 g in 60 ml Wasser und 2 ml Ammoniak gelöst, auf 100 ml aufgefüllt und mit Chloroform extrahiert) vermischt und sofort dreimal mit 10 ml Chloroform extrahiert. Der Chloroformextrakt wird eingedunstet und nach Zusatz von je 3 ml konz. Salpetersäure und Perchlorsäure (D 1,54) zur Trockne abgedampft. Der Rückstand, in 5 ml Salpetersäure (1 + 99) aufgenommen, wird 10 min mit Stickstoff behandelt und von −0,5 V gegen die Bodenelektrode beginnend polarographiert. Die Spitzenhöhe bei −0,75 V ist der Bleikonzentration proportional, wenn mit Blind- und Standardlösungen verglichen wird. Enthält die Probe über 0,2% Eisen oder 0,1% Molybdän, so wird besser in 20 ml Schwefelsäure (1 + 9) mit 0,5 ml Fluoroborsäure gelöst und mit Salpetersäure abgeraucht, dann wird in 40 ml Salzsäure (1 + 1) aufgenommen und im Scheidetrichter einmal mit 40 ml und viermal mit 25 ml Äther ausgeschüttelt. Die wäßrige Phase wird dann mit Citronensäure versetzt und wie die eisen- oder molybdänfreie Probe weiter analysiert. Gehalte von 2,5% Cu, 2% Sn, 0,5% Ni, 0,2% Cr, 0,1% Zn, 0,05% Mn, 0,02% Co oder 0,01% Cd beeinflussen das Ergebnis nicht. Bei 40 ppm Blei beträgt der Fehler 1,5 ppm.

[1] Analyst **85**, 139—144 (1960). Imp. Chem. Ind. Ltd., Metals Div., Kynoch Works, Birmingham (England). — [2] Analyst (London) **83**, 83 (1958); vgl. diese Z. **165**, 380 (1959). K. Cruse

Eine polarographische Methode zur Bestimmung von Chrom, Nickel und Zinn in Zirkonium und seinen Legierungen beschreiben V. T. Athavale, R. G. Dhaneswar und M. M. Mehta[1]. Die Ausrüstung besteht in einem „DU Bellay"-Polarographen und einem elektronischen Thermostat, mit dem die Temperatur auf 30 ± 0,1° C konstant gehalten wird. Als Anode dient der Quecksilbervorrat. Bei der Nickelbestimmung wird als Trägerelektrolyt Pyridin/Pyridinsulfat benutzt; dieser gibt eine besonders gute Stufenhöhe für Nickel, außerdem wird Zirkonium durch Pyridin gefällt und so abgetrennt. Für die Chrombestimmung wird das Zirkonium mit Natriumperoxyd gefällt. Das so gebildete Chromat gibt eine gute Stufenhöhe in einem Natronlauge-Trägerelektrolyten. Für die Zinnbestimmung wird die von W. E. Allsopp und V. R. Damerell[2] für die Stahlanalyse angegebene Methode verwendet. 0,001% der genannten Elemente kann noch erfaßt werden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 74—77 (1960). Anal. Div., Atomic Energy Establ. Trombay, Bombay (Indien). — [2] Analyt. Chemistry **21**, 677 (1949); vgl. diese Z. **131**, 284 (1950). S. Eckhard

Eine direkte polarographische Bestimmungsmethode für 10—200 ppm Zinn und Blei in Zirkonium und in mit 0,5% Kupfer und 0,5% Molybdän legiertem Zirkonium wurde von R. T. Clark[1] angegeben. — *Arbeitsvorschrift.* 0,5 g der

Probe werden mit 10 ml Schwefelsäure (1 + 1) durch tropfenweise Zugabe von 1 ml Flußsäure in der Platinschale gelöst, mit einem geringen Überschuß konz. Salpetersäure oxydiert und zweimal abgeraucht. Nach dem Abkühlen wird mit 10 ml Wasser aufgenommen, es werden 5 ml einer an Salzsäure 1 m und an Ammoniumchlorid 4 m Mischung zugesetzt, bei einem Gehalt von mehr als 200 ppm Kupfer oder 500 ppm Molybdän noch 2 ml 2%ige Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung, dann wird auf 25 ml aufgefüllt. 5 ml dieser Lösung werden mit Stickstoff von Sauerstoff befreit (5 min) und bei −0,2 V beginnend mit dem Kathodenstrahl-polarographen polarographiert. Die Spitzenhöhe bei −0,42 V ist der Summe des Gehaltes an Zinn und Blei proportional. In den verbliebenen 20 ml der Lösung wird das Blei durch Zugabe von 1 ml 25%iger Bariumchloridlösung und kräftiges Schütteln (2 min) gefällt und ein Teil der Lösung polarographiert. Die jetzt bei −0,42 V gemessene Spitzenhöhe, um +5% korrigiert, liefert den Zinngehalt, wenn gegen einen Blindversuch und gegen Polarogramme einer Lösung mit je 50 ppm Zinn und Blei verglichen wird. Gehalte von 40 ppm Zinn oder Blei werden auf 2 ppm genau bestimmt.

[1] Analyst **85**, 245–249 (1960). Kynoch Works, Witton, Birmingham (England).
K. Cruse

Die spektrographische Analyse der Verunreinigungen in hochreinem Nickel beschreiben R. L. Rupp, G. L. Klecak und G. H. Morrison[1]. Durch Verwendung einer besonderen Funkenkammer, die das Arbeiten in definierten Gasatmosphären erlaubt, sowie von Argon und Stickstoff als Spülgas konnten die Nachweisempfindlichkeiten ganz wesentlich verbessert werden, da die Linienintensitäten verstärkt und der Untergrund im Spektrum unterdrückt wurden. Die Untersuchungen wurden mit einem 3,4 m-Ebert-Plangitterspektrographen durchgeführt. Die Nickelprobe wird in Form von Pulver oder Spänen in die Bohrung einer als Anode geschalteten Kohleelektrode gebracht und im Gleichstrombogen (14 A) 10 sec angeregt. Der

Tabelle 1. *Analysenlinien und Konzentrationsbereiche für die Analyse von Nickel*

Element	Wellenlänge Å	Bereich ppm	Element	Wellenlänge Å	Bereich ppm
Al	3092,71	1,0–100	Mn	2576,10	0,3– 30
Co	3405,12	3,0–100	Pb	2883,07	0,3– 30
Cr	4254,35	2,0– 20	Si	2881,58	20 –100
Cu	3273,96	0,4– 10	Sn	3175,02	1,0– 30
Fe	3020,64	30 –100	Ti	3349,41	10 –100
Mg	2779,83	0,3– 30	Zn	3345,02	0,2– 10

Elektrodenabstand beträgt 3 mm, nur der Bereich 2 mm vor der Anode wird verwendet. Bemerkenswert sind die Angaben über die Nachweisempfindlichkeit, die zusammen mit den Analysenlinien und dem überstrichenen Konzentrationsbereich in der Tab. 1 wiedergegeben sind. Als Nickelvergleichslinie dient in allen Fällen 2881,25 Å mit Ausnahme von Chrom, wo eine bisher in den Tabellenwerken nicht bezeichnete Linie Ni 4244 Å benutzt wird. Bei Al, Cr, Cu, Fe und Si konnten die genauen Nachweisgrenzen nicht festgelegt werden, da die Verunreinigungen an diesen Elementen schon in den Standardsubstanzen vorlagen und in der Menge nicht genau bekannt waren.

Die gleiche spektrographische Einrichtung und eine analoge Arbeitsmethodik verwenden G. H. Morrison, R. L. Rupp und G. L. Klecak[2] für die *Analyse hochreinen Siliciumcarbids* für die Halbleitertechnik. Auch hier wird von dem älteren Verfahren — völliges Abbrennen einer größeren Probemenge im stromstarken

Bogen — wegen des ungünstigen Verhältnisses Linie zu Untergrund abgegangen und unter milderen Anregungsbedingungen die Verflüchtigung des Siliciumcarbids unterdrückt. Argon ist dabei als Spülgas etwa doppelt so wirksam wie Helium und Stickstoff. Die benutzte Bogenstromstärke betrug 20 Amp., der Elektrodenabstand 4 mm, wovon ebenfalls nur 2 mm vor der Anode für die Aufnahme ausgeblendet wurden. Die einzelnen Verunreinigungen dampfen nicht gleichzeitig ab,

Tabelle 2. *Unterschiedliche Flüchtigkeit der Verunreinigungen*

Gruppe	Verunreinigung	Abdampfintervall (sec)	Gruppe	Verunreinigung	Abdampfintervall (sec)
I	As, Bi, Cd, Ga, Hg, In, Na, P, Pb, Sb, Sn, Tl, Zn	0—6	III	Co, Fe, Mg, Ni, Ti	0—60
			IV	Mo	15—35
			V	Zr	35—50
II	Ag, Al, Be, Ca, Cr, Cu, Ge, Mn	0—25			

Tabelle 3. *Analysenlinien und Konzentrationsbereiche für die Analyse von Siliciumcarbid*

Element	Wellenlänge Å	Bereich ppm	Element	Wellenlänge Å	Bereich ppm
Ag	3282,89	0,01— 1,0	P	2535,65	0,3—10
As	2780,20	0,3 —10	Pb	2833,07	0,3—10
Bi	3067,72	0,1 —10	Sb	2598,06	0,3—10
Ga	2943,64	0,1 —10	Sn	3175,02	0,3—10
Hg	2536,52	0,3 —10	Tl	2767,87	0,3—10
In	3256,09	0,1 —10	Zn	3345,02	0,1—10
Mn	2576,10	0,03— 1,0			

wie aus Tab. 2 hervorgeht; danach richten sich die Anregungszeiten. Analysenlinien und Konzentrationsbereiche (und damit auch die Nachweisempfindlichkeiten) sind in Tab. 3 zusammengestellt. Als innerer Standard diente zugemischtes GeO_2; als Vergleichslinie wurde Ge 2740,43 Å benutzt, für Silber und Mangan jedoch Ge 2651,18 Å. Die Analysenergebnisse wurden durch Neutronenaktivierungsanalyse nach dem Verfahren von Cali[3] überprüft.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 931—933 (1960). General Telephone & Electronics Labs., Inc., Bayside, N.Y. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **32**, 933—935 (1960). — [3] Lowe, L. F., H. D. Thompson u. J. P. Cali: Analyt. Chemistry **31**, 1951 (1959); vgl. diese Z. **177**, 217 (1960). S. Eckhard

Eisen, Stahl. *Für die Wasserstoffbestimmung in Stahl* vergleicht C. C. Carson[1] die nach der Zinnaufschmelzmethode (1150° C) und dem Heißextraktionsverfahren (975 und 650° C) erhaltenen Werte und findet keinen Unterschied in der extrahierten Gasmenge. Dem Heißextraktionsverfahren wird wegen der erreichten größeren Genauigkeit und der einfacheren Apparatur der Vorzug gegeben. Die Ergebnisse von Carson stehen im Gegensatz zu denen anderer Autoren[2]; es ist jedoch zu beachten, daß die Untersuchungen nur an *Cr-Mo-V- und Ni-Mo-V-Stählen* mit verhältnismäßig niedrigen Kohlenstoffgehalten durchgeführt wurden. Die Frage nach der Ursache der Widersprüche bleibt unbeantwortet.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 936—939 (1960). Materials Processes Lab., Large Steam Turbine-Generator Dep., General Electric Co., Schenectady N.Y. (USA). — [2] Marot, J.: Rev. Métallurgie **52**, 943 (1955); vgl. diese Z. **156**, 52 (1957). — Šmelev, B. A.: Zavodskaja Laborat. **23**, 263 (1957); vgl. diese Z. **159**, 438 (1957/58). S. Eckhard

Mit den Bestimmungsmöglichkeiten für Zinn in Roheisen und Stahl befassen sich C. Mahr und K. H. Waffenschmidt[1] ausführlich. Sie kommen zu dem Ergebnis, daß es kein Universalverfahren gibt, das eine einfache Zinnbestimmung in allen vorkommenden Stahlsorten gestattet. — *Arbeitsvorschrift 1* für *unlegierte Stähle und Roheisensorten.* Das Zinn wird in bekannter Weise reduziert und schließlich direkt titrimetrisch bestimmt. Man löst 1—5 g Probegut in 140 ml Salzsäure (1 + 1) in einem 750 ml-Erlenmeyer-Kolben unter Erwärmen. Nach Oxydation mit 10 ml 15%igem Wasserstoffperoxyd wird mit 50 ml Wasser verdünnt, dann werden bei 80° C 3 g Eisenpulver eingetragen, der Kolben wird mit einem Bunsenventil verschlossen und sein Inhalt zu leichtem Sieden erhitzt. Nachdem das Eisen gelöst

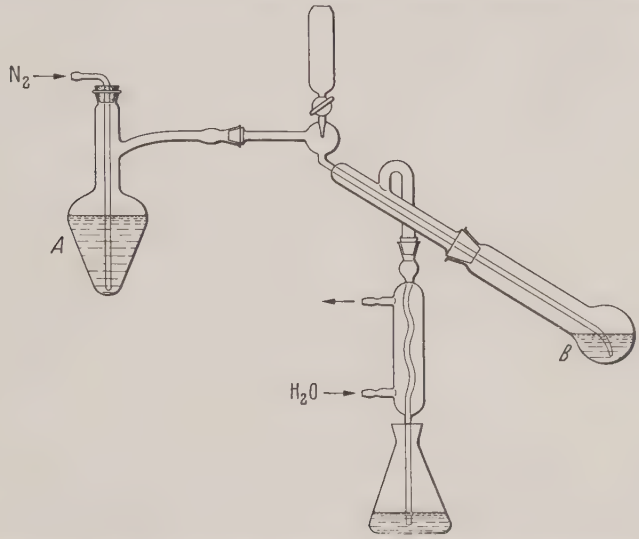


Abb. 1. Anlage zur Destillation von Zinntetrachlorid nach Mahr u. Waffenschmidt. *A* Dampfentwicklungskolben mit azeotropem Säuregemisch; *B* Gelöste Probe

ist, wird unter Kohlendioxyd mit fließendem Wasser abgekühlt, mit 2 g festem Kaliumjodid versetzt und dann potentiometrisch mit 0,005 n KJO_3-Lösung titriert. Der erste, etwa 30—40 mV betragende Potentialanstieg an der Platinelektrode gilt als Endpunkt, auch wenn das Potential nach kurzer Zeit wieder absinkt. Verwendet man als Reduktionsmittel 98—99%iges Nickelpulver, so können nach der gleichen Arbeitsvorschrift auch Chrom-Nickelstähle untersucht werden. Das Zinn wird völlig reduziert; es werden nur unbedeutende Mengen an Cr^{2+} gebildet, die durch 5 min leichtes Kochen nach Beendigung der Reduktion wieder einwandfrei reoxydiert werden. — *Arbeitsvorschrift 2.* Das Zinn wird aus heißer, überchlorsaurer Lösung mit einem feuchten Chlorwasserstoffstrom (aus azeotropem Salzsäuregemisch) übergetrieben. Abb. 1 zeigt das Gerät zur Destillation. Durch die Verwendung der azeotropen Salzsäure wird eine optimale Destillationsgeschwindigkeit erreicht, was offenbar bei den bisherigen, auf eine hohe Säurekonzentration hinarbeitenden Destillationsvorschriften nicht genügend beachtet worden ist. — Man löst 0,5—1 g Probegut in dem Destillierkolben *B* in 30—40 ml 70%iger Perchlorsäure im Stickstoffstrom unter Erwärmen. Durch die Lösung wird dann das azeotrope Gemisch von Chlorwasserstoff und Wasserdampf geleitet. 30—40 ml werden in einen 50 ml-Meßkolben abdestilliert und aufgefüllt. Hiervon werden 5 ml in ein

graduiertes Zentrifugenglas abpipettiert, mit einer Spatelspitze Hydroxylammoniumchlorid und 2,5 ml einer Alaunlösung (2 mg Al/ml) versetzt und auf 70° C erwärmt. Die Lösung wird mit Ammoniak gegen Methylrot neutralisiert, der Hydroxydniederschlag abzentrifugiert und in Salzsäure gelöst. Die Fällung wird wiederholt und der Niederschlag in Salzsäure gelöst. Die Lösung wird im Zentrifugenglas mit 1 ml einer 0,001 m Tetraphenylarsoniumchloridlösung und 2 Tr. gesätt. Kresolrotlösung versetzt und mit Salzsäure (1 +1) auf 10 ml aufgefüllt. In ein Polarographiergefäß übergeführt, wird die Lösung 10 min mit Reinstickstoff gespült und im Bereich von 0,3—0,7 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode gemessen. Bei Stählen mit über 2% Cr enthält das Destillat störendes Chromat, welches als Chromylchlorid übergegangen ist. Chromylchlorid geht nicht über, wenn aus Schwefel-Phosphorsäure mit einem Dampfstrom azeotrop siedender Bromwasserstoffsäure destilliert wird. Dieses Verfahren ist auch bei Vorliegen weiterer reduzierbarer Legierungsbestandteile (Mo, V, W) geeignet. — Nach besonderen Versuchen der Verff. gelingt es nicht, durch Erhitzen der Probe im Chlorstrom das gesamte Zinn überzudestillieren und auf diese einfache Art zu bestimmen.

[1] Arch. Eisenhüttenwes. **31**, 221—225 (1960). Univ. Marburg (Lahn).

S. Eckhard

Für die Bestimmung des Stickstoffs in Stählen benutzen R. Boulin, J. Coulombeau und E. Jaudon[1] das im Prinzip auf M. P. E. Berthelot[2] zurückgehende, zuletzt von B. Lubochinsky und J. P. Zalta[3] modifizierte Verfahren, bei dem die nach *Zusatz von Phenol und Hypochlorit sowie Nitroprussidnatrium* als Katalysator entstehende Färbung photometriert wird. — *Arbeitsweise für Al-freie Stähle.* 1,2 g Stahlspäne werden im bedeckten 100 ml-Erlenmeyer-Kolben mit genau 15 ml Schwefelsäure (1 +5) 2 Std auf heißem Sandbad digeriert; die Temperatur der Lösung soll 90° C nicht überschreiten. Dann fügt man 10 ml Wasser hinzu, damit keine Eisensalze auskristallisieren, überführt in einen 100 ml-Meßkolben, bringt durch Spülen die Lösungsmenge auf etwa 50 ml, fügt beim Abkühlen 15 ml 8,5 n Natronlauge zu, füllt auf, zentrifugiert 3 min bei 5000 U/min in einem 150 ml-Becher und gießt die klare Flüssigkeit ab. Von dieser Lösung nimmt man je nach dem erwarteten Stickstoffgehalt einen aliquoten Teil in einen 100 ml-Meßkolben ab, fügt 1 Tr. Methylrot (0,01 g/l Wasser) zu, säuert mit 1 n Schwefelsäure gerade an und neutralisiert dann genau mit 0,2 n Natronlauge. Dann werden der Reihe nach aus der Pipette 5 ml frisch hergestellte Natriumphenolatlösung (10 ml 6,25 n Natronlauge, 80 ml Wasser, 5 g reines dest. Phenol auf 100 ml aufgefüllt), 5 ml 0,1 m Dinatriumphosphatlösung, 10 ml 0,025%ige Nitroprussidnatriumlösung (frisch durch Verdünnen einer 0,1%igen Vorratslösung hergestellt) und 5 ml Natriumhypochloritlösung (50 ml 18—20grädige Lösung auf 1 Liter) zugegeben. Es wird aufgefüllt und mindestens 10mal umgeschüttelt. Nach einstündiger Standzeit im Dunkeln wird in 1 cm-Küvetten bei 640 nm photometriert. — *Stähle mit unlöslichen Nitriden* löst man im Langhals-Kolben wie oben, erhitzt jedochn ach dem Lösen sofort bis zum Rauchen, gibt 5 ml Schwefelsäure (D 1,84) sowie 1 g festes Kaliumsulfat zu und läßt 1 Std rauchen; die Temperatur der Lösung soll dabei zwischen 320 und 330° C liegen. Dann fügt man 10 ml Wasser zu und überführt in den Destillierkolben, wobei man der Reihe nach mit 20 ml Wasser, 40 ml 12 n Natronlauge und 40 ml Wasser spült. Man stellt die Destillationsapparatur zusammen und destilliert etwa 45 ml in einen mit 5 ml 0,04 n Schwefelsäure beschickten Meßkolben, der zweckmäßigerweise bei 50 ml eine Markierung trägt. Bei Gehalten über 0,001% Stickstoff füllt man auf und nimmt ab, bei kleineren Gehalten wird die Gesamtlösung wie oben weiterbehandelt und photometriert. — *Chrom-Nickelstähle* löst man zweckmäßig in 15 ml 7,2 n Salzsäure, läßt abkühlen, fügt 8 ml Schwefelsäure (D 1,84) sowie 1 g Kaliumsulfat zu, läßt 1 Std rauchen

und geht dann wie oben vor. Auf alle bei hochempfindlichen Stickstoffanalysen erforderlichen Vorsichtsmaßnahmen (destilliertes und entionisiertes Wasser, völlig ammoniakfreie Luft usw.) wird ausdrücklich hingewiesen.

[1] Rev. Métallurgie **57**, 623—630 (1960). Dep. Chim. analytique A L'IRSID (Frankreich). — [2] Répertoire de chémie appliquée **1859**, 284. — [3] Bull. Soc. Chim. biol. **36**, 1363 (1954); vgl. diese Z. **147**, 152 (1955). S. Eckhard

Bestimmung des Sauerstoffs in Stählen. P. Torterat, L. Bäcker und E. Herzog[1] geben einen Bericht über die Einführung der Gefügeanalyse nach P. Klinger und W. Koch[2] und W. Koch und H. Sundermann[3], die den Stahl elektrolytisch auflösen, die oxydischen Einschlüsse durch eine Chlorierungsreaktion abtrennen und aus diesen den Sauerstoffgehalt errechnen, in das Laboratorium der Stahlwerke von Pompey. Das Verfahren wurde auf unberuhigte, mit Sauerstoff erblasene sowie alterungsbeständige, mit Aluminium beruhigte Thomasstähle, SM-Stähle und siliciumberuhigte Kohlenstoffstähle angewandt. Gleichzeitig wurden Sauerstoffvergleichswerte nach dem Heiß-Extraktionsverfahren und durch fraktionierte Reduktion der Oxyde (schrittweise Steigerung der Extraktionstemperatur von 1300 auf 1700° C) gewonnen. Die Übereinstimmung war bei den einzelnen Stahlsorten unterschiedlich. Im allgemeinen lieferte die Heißextraktion niedrigere Sauerstoffwerte als die beiden anderen Verfahren.

[1] Mém. sci. Rev. Métallurgie **57**, 493—501 (1960). Sect. Chimie, Centre de Recherches, Aciéries de Pompey (Frankreich). — [2] Klinger, P., u. W. Koch: Beiträge zur metallkundlichen Analyse. Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1947. — [3] Koch, W. u. H. Sundermann: Elektrochemische Grundlagen der Isolierung von Gefügebestandteilen in metallischen Werkstoffen. Westdeutscher Verlag Köln/Opladen, 1958. S. Eckhard

Eine chronopotentiometrische Bestimmung von Mangan in Stahl haben D. G. Davis und J. Ganchoff[1] angegeben. — *Vorschrift.* 1 g der Probe wird in 25 ml Salpetersäure (1:3) gelöst, die Lösung durch Aufkochen von Stickoxyden befreit. Nach Verdünnen auf 100 ml werden 14 ml konz. Schwefelsäure zugesetzt (so daß die Endlösung 1 m an Schwefelsäure wird), ferner wird 0,5 g Kaliumperjodat gelöst, dann wird 3 min zum Sieden erhitzt. Nach Abkühlen wird auf 250 ml verdünnt und das Chronopotentiogramm in einem aliquoten Teil aufgenommen bei einer Stromstärke, die bei +0,80 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode zu einer Übergangszeit von 30 ± 2 sec führt. Zur Eichung der Zelle und zur Eliminierung des Einflusses der Elektrodenoberfläche (blanke Platinfläche von 0,238 cm^2 oder besser eine zum Draht gerollte Goldfolie, 2,97 cm^2) werden Lösungen mit bekanntem Gehalt in gleicher Weise analysiert. Die Platinhilfselektrode wird durch ein Diaphragma abgetrennt. Bei Aufnahme des Chronopotentiogrammes $> +0{,}5$ V ist eine Entfernung des Sauerstoffs nicht erforderlich. Da die Beziehung von Sand nicht erfüllt ist, d. h. da hier das Produkt $i \cdot \tau^{1/2}/C$ mit steigender Stromdichte fällt, wird zur Auswertung der Chronopotentiogramme die „potential interval timing"-Methode[2] verwendet. Bei Analyse $0{,}68-3{,}42 \cdot 10^{-3}$ m Lösungen an der Goldelektrode bei +0,250 V liegt der Fehler bei 0,5—0,7%. Legierungen mit Cr, Ni, Co und Fe lassen sich ohne weiteres nach der gleichen Methode analysieren, die erreichbare Genauigkeit kommt derjenigen der Colorimetrie mindestens gleich. Das Verhalten Ce-, V- und Cr-haltiger Lösungen wird bezüglich der Gleichung von Sand ausführlich erörtert.

[1] J. electroanal. Chem. **1**, 248—255 (1960). Georgia Inst. of Technology, Atlanta, Ga. (USA). — [2] Reilley, C. N., G. W. Everett u. R. H. Johns: Analyt. Chemistry **27**, 483 (1955); vgl. diese Z. **150**, 204 (1956). K. Cruse

Eine photometrische Bestimmungsmethode für Mikromengen Kobalt in Eisen und Stahl haben S. Maekawa, Y. Yoneyama und E. Fujimori[1] ausgearbeitet. Kobalt wird als Antipyrin-Thiocyanatkomplex leicht und vollständig (mehr als 99%) mit einer Lösung von gleichen Teilen Methylisobutylketon und Benzol extrahiert; die Auswaschung wird mit dem gleichen Gemisch vorgenommen. Zuerst wird die Hauptmenge des Eisens mit Butylacetat entfernt, die Extraktion des Kobalts erfolgt nach Abtrennung begleitenden Kupfers und der Restmenge des Eisens durch Oxalsäure. Bei Anwesenheit größerer Mengen Kupfer erfolgt die Bestimmung nach dem Zurückwaschen des extrahierten Lösungsmittels mit einer Waschflüssigkeit von p_H 2. Die Empfindlichkeit der Methode soll $^1/_5$ des Nitroso-R-Salzverfahrens und das doppelte der Thiocyanatextraktion erreichen. Die Methode wird als geeignet für die Bestimmung von Mikromengen Kobalt in hochlegierten Stählen bezeichnet, da die Anfärbung über mehrere Stunden stabil ist, kein Blindwert auftritt und der Einfluß von Fremdionen gering ist.

[1] Jap. Analyst **9**, 475—479 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Muroran Plant, The Japan Steel Works Ltd. S. Eckhard

Ein Schnellverfahren zur Bestimmung von Kupfer, Zink und Kobalt in Kupfer-Zink-, Kupfer-Kobalterzen und deren Konzentraten sowie von Kupfer und Kobalt in Elektrolysaten der Kupferelektrolyse mit Hilfe der Röntgen-Fluorescenzspektralanalyse beschreibt A. Hans[1]. Für die Erz- und Erzkonzentratanalyse werden zwei Verfahren angegeben. — *1. Lösungsmethode.* 2 g gemahlenes Probegut werden mit 30 ml Königswasser gelöst und zur Trockne eingeengt, mit 20 ml konz. Salzsäure aufgenommen und zur Kieselsäureabscheidung erneut eingeengt. Schließlich wird unter schwachem Erhitzen mit 10 ml 50%iger Salpetersäure aufgenommen und mit Wasser auf ein definiertes Volumen gebracht. Die Röntgenaufnahme wird mit 5 ml dieser Lösung in einer Kunststoffzelle mit Mylarfenster durchgeführt. Aufnahmedaten: Wolframröhre, 25 kV, 12 mA, ebener Lithiumfluoridkristall [Reflexion an den (2 0 0) Ebenen, Gitterabstand 2,014 Å], Zn K_α 1,436 Å ($2\Theta = 41{,}95°$), Cu K_α 1,541 Å ($2\Theta = 45{,}20°$), Geiger-Müller-Zähler mit Diaphragma für die Zink- und ohne Diaphragma für die Kupferbestimmung, 0,1 mm starke Aluminiumfolie zwischen Kollimator und Zähler. — *2. Aufschmelzverfahren.* Nach diesem wird eine Schmelzperle mit einer ebenen Unterfläche erhalten; diese wird der Röntgenstrahlung ausgesetzt. 0,2 g gemörsertes Probegut wird mit 2 g Bariumperoxyd sehr sorgfältig vermischt und im Platintiegel mit 10 g Borax fusus (der nicht gepulvert sein muß) überschichtet. Nach dem Aufschluß, der je nach Substanz 10—20 min erfordert, gießt man die heiße Schmelze in einen Chromel-Ring (2—3 mm Drahtstärke, innerer ∅ 30 mm), der im Augenblick des Gusses auf eine 3 mm starke, 380—400° C heiße, polierte Aluminiumplatte gelegt wurde. Nach 2 min Abkühlung läßt man den Ring mitsamt der eingeschlossenen Perle auf ein Stückchen Asbest gleicher Temperatur rutschen und dort etwa 30 min abkühlen. Die Perle ist dann für die Analyse bereit. (Mit einer dreiköpfigen Bedienungsmannschaft, 15 Platintiegeln und 5 Brennern können in 8 Std 120 solche Schmelzperlen analysenfertig vorbereitet werden.) Analysendaten: Goldröhre, 30 kV, 10 mA, Analysenlinien wie oben, Co K_α 1,791 Å, Scintillationszähler ohne Diaphragma, 64000 Impulse für Zink, 16000 Impulse für Kupfer bei Zink-Kupfer-Erzen bzw. 32000 Impulse für Kupfer und 16000 Impulse für Kobalt bei Kupfer-Kobalt-Erzen. Für die Analyse der *Elektrolysate* ist von Bedeutung, daß die gegenseitige Beeinflussung der Elemente Kupfer und Kobalt in der Strahlung bei der Untersuchung genügend verd. Lösungen vernachlässigt werden kann. Auch der Einfluß der Säurekonzentration auf die Linienintensität geht bei Verdünnung der Lösungen zurück, so daß die anfänglich fächerförmigen Eichkurven praktisch zu einer

einzigen zusammenfallen. Anregungsdaten: Goldröhre, 30 kV, 20 mA, gleiche Analysenlinien, Scintillationszähler (950 V).

[1] Chim. analytique **42**, 236—244 u. 282—286 (1960). C.N.R.M., Section de Liége (Belgien). S. Eckhard

Zur Bestimmung der Phosphorsäure in natürlichen Eisenphosphaten nach Abtrennung durch Ionenaustausch geben P. Povondra und D. Roubalová[1] folgende *Vorschrift.* 0,3—0,4 g fein gepulvertes *Mineral* (z. B. *Triphylin*) wird unter Erhitzen mit 10 ml Salzsäure (1:1) aufgeschlossen und mit 5 ml konz. Salpetersäure oxydiert. Dann wird in üblicher Weise Kieselsäure abgeschieden, die abfiltriert wird. Das Filtrat wird bis zur ersten Trübung neutralisiert und dann so angesäuert, daß in einem Endvolumen von 150—200 ml die Acidität genau 0,6 n HCl beträgt. Diese Lösung wird durch eine mit der gleichen Säure vorbehandelte Säule mit Amberlite IR 120 (Korngröße 0,15—0,3 mm, 15 cm × 1 cm²) mit einer Geschwindigkeit von 5 ml/min laufen gelassen. Becherglas und Säule werden viermal mit je 5 ml der gleichen Säure und dann mit 100 ml 0,05 m Salzsäure gewaschen. In diesen Lösungen wird die Phosphorsäure bestimmt. Die gebundenen Kationen werden mit 4 n Salzsäure eluiert und in geeigneter Weise bestimmt. Das Verfahren liefert brauchbare Werte.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **25**, 1890—1894 (1960). Chem. Inst., Akad. d. Wiss., Prag (ČSSR). R. Klement

Über die Bestimmung kleiner Tantal- und Wolframgehalte in Gesteinen und Meteoriten berichten D. H. F. Atkins und A. A. Smales[1]. Zur Neutronenbestrahlung werden 40—80 mg Substanz (silicatisches Material in feingepulvertem Zustand, metallische Materialien als Drehspäne oder kompakte Stücke) in vorher gut gereinigte dünnwandige Quarzröhrchen (4 mm ∅) eingeschmolzen, diese zusammen mit Aktivierungsstandards in einen Bestrahlungsbehälter aus Aluminium verpackt und 36 Std im BEPO-Reaktor aktiviert. Als Aktivierungsstandards werden verd. wäßrige Lösungen von Ta (als Oxalatkomplex) und W (als Ammoniumwolframat) in oxalsaurer Lösung verwendet, um die bei festen Proben von WO_3 und Ta_2O_5 auftretende starke Selbstabschirmung zu umgehen. Nach der Bestrahlung wird das *silicatische Material* durch Peroxydschmelze bei 480° C aufgeschlossen und der vom Ni-Tiegel losgelöste Schmelzkuchen in ein Becherglas übergeführt, das 35 mg Ta (als Oxalatkomplex), 35 mg W (als Na-Wolframat), 10 ml 20%ige Weinsäurelösung und 70 ml 7%ige NH_4Cl-Lösung enthält. Nach Abklingen der anfänglich heftigen Reaktion wird mit 10%iger Schwefelsäure angesäuert, wobei eine klare Lösung entstehen soll, die dann mit Ammoniak alkalisch gemacht und mit 50%iger Salzsäure wieder angesäuert wird. An dem durch Zusatz von 50 ml einer 2%igen Tanninlösung und 10 ml einer 5%igen Cinchoninlösung (in 25%iger Salzsäure) entstehenden Niederschlag werden W und Ta mitgefällt, der Niederschlag wird abfiltriert und mit heißer 2%iger NH_4Cl-Lösung gewaschen. — *Metallische Proben* (Eisenmeteorite sowie Eisen- und Stahlproben) löst man nach der Bestrahlung in Gegenwart von Ta- und W-Trägern in einem Gemisch von Fluß- und Weinsäure und fällt nach Einstellen der Acidität Ta und W wie oben angegeben. — Die *Aktivierungsstandards* werden nach Auswaschen der Quarzampullen mit warmer verd. Oxalsäure in ein Becherglas übergeführt, das bereits Weinsäure sowie Ta- und W-Träger enthält, worauf auch hier die beschriebene Fällung vorgenommen wird. Der gewaschene Tannin-Cinchoninniederschlag wird zur Zerstörung der organischen Substanz mit Schwefel-Salpetersäure abgeraucht; aus dem Schwefelsäurerückstand fällt man durch Verdünnen mit 50 ml Wasser Ta und W aus, zentrifugiert den Niederschlag ab und bringt ihn durch Zusatz von

10 ml eines 0,4 m Flußsäure-6 m Schwefelsäuregemisches wieder in Lösung. Zur W-Ta-Trennung extrahiert man zweimal mit je 10 ml Diisopropylketon oder Hexon und wäscht die vereinigten organischen Phasen nochmals mit 10 ml des Säuregemisches. Die vereinigten wäßrigen Phasen, die das gesamte *Wolfram* enthalten, werden mit 15 ml konz. Salpetersäure in der Hitze digeriert, das ausgefallene Oxid wird abzentrifugiert, mit konz. Salpetersäure gewaschen und in 0,88 m Ammoniak wieder gelöst. Die Wolframoxidfällung wird, eventuell in Kombination mit $Fe(OH)_3$-„scavenger"-Fällungen, solange wiederholt, bis die radiochemische Reinheit des Niederschlages gewährleistet ist. Zur Aktivitätsmessung wird W dann als 8-Hydroxychinolat gefällt; die chemische W-Ausbeute des Trennungsganges liegt bei 40—60%. *Tantal* wird aus den vereinigten und gewaschenen organischen Phasen durch Schütteln mit 10 ml 5%iger Wasserstoffperoxidlösung extrahiert, dem wäßrigen Extrakt wird bis zum Phenolphthaleinumschlag Ammoniak zugesetzt und das ausgefallene wasserhaltige Ta_2O_5 abzentrifugiert. Nach Lösen in 10 ml 0,4 n Flußsäure-12 n Schwefelsäure wird die Diisopropylketonextraktion wiederholt, Ta mit 5%igem Wasserstoffperoxid reextrahiert und wie oben als Oxid gefällt. Den Niederschlag löst man in 1—2 Tr. 40%iger Flußsäure, verdünnt auf 5 ml und fällt Ta durch Zusatz von 10 Tr. einer 0,1 m Tri-2,2′-Dipyridyl-Eisen(II)-sulfatlösung aus, zentrifugiert und überführt den Niederschlag mit wenig Äthanol auf das Zählschälchen; die chemischen Ausbeuten liegen auch hier bei 40—60%. Die β-Messungen werden unter einem Endfenster-Zählrohr, die γ-Messungen mit einem NaJ-Kristall vorgenommen. Die radiochemische Reinheit der Meßpräparate wird bei ^{187}W durch die Aufnahme der Abfallkurve und die Überprüfung des γ-Spektrums mit einem 100 Kanal-Impulshöhenanalysator, bei ^{182}Ta durch die β-Absorptionskurve und ebenfalls das γ-Spektrum sichergestellt. Eine größere Anzahl von Analysenergebnissen von Gesteinen, Meteoriten und Stählen mit Tantalgehalten zwischen 0,0008 und 1,5 ppm und Wolframgehalten zwischen 0,01 und 2,6 ppm wird angegeben.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 462—478 (1960). A.E.R.E., Harwell (England). K. H. Neeb

Die Bestimmung des Tantals in Gesteinen durch Neutronenaktivierungsanalyse. In Fortführung der Arbeiten über die aktivierungsanalytische Bestimmung von Spurenbestandteilen in Ergußgesteinen[1] berichten D. F. C. Morris und A. Olya[2] über die Bestimmung des Tantals. — *Arbeitsvorschrift.* Die gepulverte und in ein Quarzröhrchen eingeschmolzene Probe (0,5 g) wird zusammen mit dem Aktivierungsstandard (0,1 ml einer Lösung von 50 μg Ta/ml in verd. Oxalsäure, ebenfalls in ein Quarzröhrchen eingeschmolzen) eine Woche lang im BEPO, Harwell, bei Pilefaktor 10 bestrahlt. Nach einigen Tagen Abklingzeit wird die Ampulle geöffnet und die Probe im Platintiegel mit 4 g K_2CO_3 + 0,1 g KNO_3 bei 850—900° C aufgeschlossen. Die abgekühlte Schmelze schlämmt man in einem Polyäthylen-Becherglas mit 20 ml Wasser auf, säuert mit Flußsäure an, setzt 2 ml Ta-Trägerlösung (10 mg Ta/ml) zu und rührt 5 min lang. Der unlösliche Rückstand wird verworfen; aus der Lösung fällt man in einem Zentrifugenglas aus Polyäthylen durch Zusatz von 1 g festem NH_4NO_3 und konz. Ammoniak Ta_2O_5 aq. aus, zentrifugiert und wäscht zweimal mit konz. Salpetersäure. Man nimmt den Niederschlag mit 10 ml einer Lösung auf, die 12 n an H_2SO_4 und 10 n an HF ist, setzt 10 ml Tributylphosphat zu und überführt durch mechanisches Rühren das Tantal in die organische Phase. Nach der Phasentrennung durch Zentrifugieren wird die TBP-Schicht zweimal mit je 5 ml 0,5 n Flußsäure gewaschen, mit 10 ml Petroläther verdünnt und dann mit 10 ml 6 n Ammoniak durchgerührt. Den Niederschlag zentrifugiert man ab, wäscht ihn zweimal mit je 10 ml heißer 2%iger Ammoniumnitratlösung und zweimal mit je 10 ml kochender konz. Salpetersäure und überführt ihn mit 2 ml

Wasser in einen Porzellantiegel, in dem er 15—20 min bei 900° C geglüht wird. Das Ta_2O_5 wird schließlich mit etwas Äthanol vorsichtig auf ein gewogenes Zählschälchen gespült, unter einer Heizlampe getrocknet, zur Ausbeutebestimmung gewogen und dann mit einigen Tropfen Kollodiumlösung (2 mg/ml) fixiert. Die Aktivitätsmessung erfolgt nach Abschirmung mit einem kombinierten Al-Pb-Absorber unter einem γ-Kristall. Zur Kontrolle der radiochemischen Reinheit des ^{182}Ta dienen Abfallmessungen ($T_{1/2}$ 115d) und Aufnahme des γ-Spektrums. — Die durch (n, α)-, (n, p)- und (γ, p)-Reaktionen aus ^{185}Re, ^{182}W und ^{183}W entstehenden ^{182}Ta-Aktivitäten sind bei den untersuchten Gesteinstypen so gering, daß sie keinen Einfluß auf das Ergebnis haben. Nach dem angegebenen Verfahren wurde der Ta-Gehalt im Standardgranit G 1 zu 3,0 $\pm$ 0,2 ppm, im Standarddiabas W 1 zu 0,93 $\pm$ 0,10 ppm bestimmt. Diese Ergebnisse stehen nicht in Übereinstimmung mit denen, die D. H. F. Atkins und A. A. Smales[3] bei der aktivierungsanalytischen Ta-Bestimmung in den gleichen Standardgesteinen erhalten haben (1,6 bzw. 0,5 ppm); die Diskrepanz wird auf Kontamination des Materials beim Zerkleinern zurückgeführt.

[1] Morris, D. F. C., u. R. A. Killick: Talanta **4**, 51—60 (1960); vgl. diese Z. **179**, 225 (1961). — [2] Talanta (London) **4**, 194—200 (1960). Dep. Chem., Brunel College of Technology, London (England). — [3] Anal. chim. Acta **22**, 462 (1960); vgl. das vorstehende Referat. K. H. Neeb

Ein Verfahren zum qualitativen spektrochemischen Nachweis der Edelmetalle und Rhenium in Silicatgesteinen beschreiben R. R. Brooks und L. H. Ahrens[1]. 150 g der Gesteinsprobe werden mit Flußsäure und Königswasser aufgeschlossen, auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft, mit Schwefelsäure abgeraucht und nach der Oxydation mit Brom in 2 n Salzsäure gelöst. Diese Lösung wird durch eine 20 cm lange Amberlite IR 400-Austauschersäule von 1 cm² Querschnitt gegeben, wo die Edelmetalle und Rhenium, die stabile Chlorokomplexe bilden, absorbiert werden. Anschließend wird mit 2000 ml 0,25 n Salpetersäure und dann mit 2000 ml 1 n Ammoniaklösung eluiert. Das salpetersaure Eluat wird eingedampft, erneut in 2 n Salzsäure gelöst, an einer kleineren Säule adsorbiert und wieder mit Salpetersäure eluiert. Die ersten 100 ml dieses Eluats, die Eisen enthalten, werden verworfen. Das ammoniakalische und das salpetersaure Eluat, sowie eine Leerprobe werden eingedampft, mit Kochsalz als Matrix zur Unterdrückung der Cyanbanden vermischt und anodisch in einem Gleichstrombogen von 6 Amp. verdampft. Auch der Amberliteaustauscher wird verbrannt und nach analoger Behandlung wie das Eluat als vierte Probe mit aufgenommen. Die Verff. benutzen einen großen Hilger-Quarz-Glas-Spektrographen und bilden die Lichtquelle auf den Eintrittsspalt ab. Nach dieser Methode untersuchten die Verff. eine *Hortonlit Dunit* Gesteinsprobe (platinhaltig) und konnten *Platin*, *Palladium*, *Rhodium*, *Iridium*, *Ruthenium* und *Gold* nachweisen. In einer Cape Granitprobe fanden sie *Gold* und *Platin*.

[1] Spectrochim. Acta (London) **16**, 783—788 (1960). Dep. Physiol. Chem., Univ. of Cape Town (Südafrika). F. Rosendahl

Bei der Mikroanalyse von Silicaten, besonders Gläsern schließen W. Geilmann und G. Tölg[1] einige Milligramme der Probe mit einer Mischung aus Flußsäure und Perchlorsäure auf und fangen das entweichende SiF_4 in Natronlauge auf. Die Bestimmung erfolgt colorimetrisch als Molybdosilicat. Im Destillationsrückstand können alle anderen nichtflüchtigen Bestandteile ermittelt werden. Die Silicatbestimmung kann in 2 Std ausgeführt werden, die durchschnittliche Abweichung beträgt $\pm$ 0,7%. — *Aufschluß und SiO_2-Bestimmung.* Als Aufschluß- und

Destillationsgefäß dient ein Platintiegel von 10 ml Inhalt, der mit einem doppelt durchbohrten Stopfen aus Teflon verschlossen wird. Durch die eine Bohrung führt ein Destillationsaufsatz aus Platin, durch die andere eine Platinkanüle, durch die ein Luftstrom gesaugt werden kann. An den Destillationsaufsatz wird ein Teflonrohr angeschlossen, über welches ein Kühlermantel aus Glas geschoben wird. Als Vorlage dient ein Zentrifugeneinsatz aus Polyäthylen. Die Einwaage von 0,5—20 mg bringt man in ein Platineimerchen, welches an der Platinkanüle lose hängt und beschickt den Platintiegel mit einer Mischung aus 1 ml 40%iger Flußsäure, 1 ml 60—70%iger Perchlorsäure und 2 ml Wasser. Wenn die Apparatur luftdicht ist, neigt man sie so weit, daß das Platineimerchen in das Säuregemisch fällt, leitet einen Luftstrom von etwa 10 Blasen/min hindurch und erhitzt im Laufe von 80 min auf 180° C. Das entweichende SiF_4 wird in 20%iger Natronlauge aufgefangen. Nach beendeter Destillation saugt man die Absorptionslösung in eine Polyäthylenflasche, wäscht gründlich mit Wasser nach und ermittelt das Gewicht der Lösung, etwa 100 g, genau. Zu 5—10 g davon mit höchstens 800 μg SiO_2 gibt man 2 g krist. Borsäure, verdünnt mit 50° C warmem Wasser auf 25—30 ml und versetzt mit 2,25 ml konz. Salpetersäure und 5 ml 2 n Natriumacetatlösung. Die Lösung, deren p_H-Wert 1,0 $\pm$ 0,2 betragen muß, bringt man in einen 50 ml-Meßkolben, fügt 5 ml 10%ige Ammoniummolybdatlösung, die mit so viel festem NaOH versetzt wird, daß sich Phenolphthalein eben rot färbt, hinzu und füllt zur Marke auf. Die Extinktion der gelben Lösung mißt man nach 15 min in einer 2 oder 5 cm-Zelle bei 400 nm gegen eine ebenso behandelte Blindlösung. Die Werte entnimmt man einer Eichkurve. — Sollen auch die anderen nichtflüchtigen Bestandteile ermittelt werden, so bringt man den Destillationsrückstand zur Trockne und nimmt ihn mit 2 ml 2 n Salzsäure und 2 ml heißem Wasser auf.

[1] Glastechn. Ber. **33**, 245—249 (1960) Univ. Mainz. G. Denk

Zur flammenphotometrischen Bestimmung von Natrium und Kalium in Gläsern teilen F. Hegemann und O. Osterried[1] in Ergänzung einer früheren Veröffentlichung[2] Ergebnisse mit, die sie mit einem Spektralphotometer PMQ II mit Direktzerstäuberflammenzusatz von Zeiss statt mit einem Filterphotometer erhalten haben. Die Empfindlichkeit der Apparatur wurde durch Verkleinerung der Gegenkopplung im elektronischen Verstärker und durch Aufbohren der Drosselstelle in der Wasserstoffzuleitung von 1,05 auf 1,5 mm vergrößert.

[1] Glastechn. Ber. **33**, 285—291 (1960). Forschungsst. f. Geochemie, T.H. München, Forsch.-Inst. angew. Mineralogie, Regensburg. — [2] Hegemann, F., u. O. Osterried: Glastechn. Ber. **33**, 201 (1960); vgl. diese Z. **179**, 235 (1961).

F. Rosendahl

Zur Analyse optischer Gläser verwenden S. Tsuchihashi, H. Tsubota und S. Kawase[1] ein Verfahren mit Ionenaustauschern. Wie aus der Tabelle ersichtlich, werden *Natrium*, *Kalium*, *Magnesium*, *Calcium*, *Barium*, *Aluminium*, *Blei* und *Zink* leicht getrennt und ohne weitere Behandlung in den Eluaten ermittelt. Das an mehreren Glassorten erprobte Verfahren liefert gute Werte in kurzen Zeiten.

Tabelle

Komponenten des Glases	Eluiermittel (siehe unten)	Volumen des Eluiermittels (ml)	Eluiertes Ion	Bestimmungsverfahren
SiO_2, PbO	b oder d	50	Pb^{2+}	ÄDTA-Titration
SiO_2, K_2O,	0,5 n Salzsäure	200	K^+	Ag-Titration
PbO	b oder d	50	Pb^{2+}	ÄDTA-Titration

Tabelle (Fortsetzung)

Komponenten des Glases	Eluiermittel (siehe unten)	Volumen des Eluiermittels (ml)	Eluiertes Ion	Bestimmungsverfahren
SiO_2, B_2O_3, BaO, Al_2O_3, (MgO)*	Mischung aus a + b = 1:1	60	Al^{3+}	Colorimetrie als Al-Oxinat
	2 m Ammonium-formiatlösung	100	Ba^{2+}	ÄDTA-Titration
SiO_2, B_2O_3, Na_2O, BaO, Al_2O_3, (MgO)*	0,2 n Salzsäure	150	Na^+	Ag-Titration
	Mischung aus a + b = 3:2	120	Al^{3+}	Colorimetrie als Al-Oxinat
	Mischung aus a + b = 1:1	100	(Mg^{2+})*	ÄDTA-Titration
	2 m Ammonium-formiatlösung	100	Ba^{2+}	ÄDTA-Titration
SiO_2, Na_2O, K_2O, Al_2O_3, PbO	0,2 n Salzsäure	150	Na^+	Ag-Titration
	0,5 n Salzsäure	110	K^+	Ag-Titration
	Mischung aus a + b = 1:1	60	Al^{3+}	Colorimetrie als Al-Oxinat
	b	30	Pb^{2+}	ÄDTA-Titration
SiO_2, Na_2O, Al_2O_3, ZnO, PbO, (K_2O)*	0,2 n Salzsäure	150	Na^+	Ag-Titration
	0,5 n Salzsäure	110	(K^+)*	Ag-Titration
	Mischung aus a + b = 1:1	60	Al^{3+}	Colorimetrie als Al-Oxinat
	b	30	Pb^{2+},Zn^{2+}	**
	**Mischung aus b + c = 1:2	75	Pb^{2+}	ÄDTA-Titration
	**d	30	Zn^{2+}	ÄDTA-Titration
SiO_2, B_2O_3, CaO, BaO, Al_2O_3, ZnO, (MgO)*	Mischung aus a + b = 1:1	60	Al^{3+}	Colorimetrie als Al-Oxinat
	desgleichen	50	Zn^{2+}	ÄDTA-Titration
	b	50	Ca^{2+}	ÄDTA-Titration
	2 m Ammonium-formiatlösung	100	Ba^{2+}	ÄDTA-Titration

Säule: Amberlite IR 120, 100—120 mesh, 10 cm hoch, 1,1 cm ∅, H-Form. *Durchflußgeschwindigkeit:* 1,5 ml/min. *Eluiermittel:* a) m Ameisensäure, b) m Ammoniumformiatlösung, c) m Essigsäure, d) m Ammoniumacetatlösung.

* Eingeklammerte Ionen waren nicht angegeben, wurden aber gefunden.

** Nach dem Eindampfen in einer anderen Säule behandelt.

[1] Jap. Analyst **9**, 512—516 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. of Sci., Kobe Univ. (Japan). R. Klement

Zur komplexometrischen Calciumbestimmung in dem Reduktionsbad zur elektrolytischen Aluminiumgewinnung empfehlen A. D. Behel und J. Pendley[1] die Verwendung von Pontachrome Blue Black R (Zinksalz von 1-(2-Hydroxy-1-naphthylazo)-2-naphthol-4-sulfonsäure) als Indicator[2]. Das Reduktionsbad besteht aus etwa 85% Kryolith, 5% Aluminiumoxyd und 8—10% Calciumfluorid. — *Ausführung.* Man verdampft 0,5 g der feingepulverten Probe mit 25 ml Salzsäure (1:1) auf einer Heizplatte (180—190° C) zur Trockne und erhitzt noch 10 min

länger, um das Fluor zu entfernen. Nach kurzem Auskühlen erhitzt man mit 120 ml Wasser, um die Calciumsalze im Rückstand zu lösen, kühlt auf Raumtemperatur, versetzt nacheinander mit 15 ml 50%iger technischer Triäthanolaminlösung, 5 ml 30%iger Natronlauge und 0,2 g Indicator (1:100-Gemisch mit NaCl) und titriert mit ÄDTA-Lösung bis zum scharfen Farbumschlag von Weinrot nach rein Blau. Der Faktor der ÄDTA-Lösung wird unter den gleichen Bedingungen gegen eine Calciumchloridlösung von bekanntem Gehalt eingestellt. Die Analysenergebnisse stimmen sehr gut mit den Ergebnissen der viel umständlicheren Oxalat-Permanganatmethode überein.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1051 (1960). Listerhill Reduction Plant, Reynolds Metals Co., Sheffield, Ala. (USA). — [2] Siehe u. a. Cheng, K. L.: Chemist-Analyst **45**, 79 (1956). — Hildebrand, G. P., u. C. N. Reilley: Analyt. Chemistry **29**, 258 (1957); vgl. diese Z. **156**, 292 (1957); **158**, 284 (1957). A. Kurtenacker

Ein Verfahren zur Ermittlung des ^{226}Ra-Gehaltes in Produkten der Uranaufbereitung wird von H. G. Petrow, O. A. Nietzel und M. A. De Sesa[1] angegeben, bei dem durch Fällungen und Ionenaustausch Radium trägerfrei isoliert und durch α-Zählung bestimmt wird. Als Vorteile gegenüber den bisher bekannten Bestimmungsmethoden werden genannt: Verzicht auf komplizierte apparative Anordnungen, relativ geringer Zeitbedarf und hohe Empfindlichkeit. Die Abtrennung des Radiums aus der Probenlösung, die schwefel- oder phosphorsauer oder auch carbonathaltig sein kann, wird durch Mitfällung an $PbSO_4$ bei einem p_H-Wert der Lösung von 1 erreicht. Die zur Reinigung des Niederschlages von anderen α-Strahlern (Uran, Wismut, Polonium, Protaktinium) vorzunehmenden Operationen umfassen zweimalige Fällung des Bleis als Carbonat und einmalige Fällung als Nitrat aus rauchender Salpetersäure. Nach Abtrennung der Hauptmenge Blei durch Chloridfällung wird das Radium durch Ionenaustausch an Dowex 1 x 8 aus 1,8 n Salzsäure isoliert, der Rest an organischer Substanz durch Abrauchen mit konz. Salpetersäure zerstört und ein aliquoter Teil der nun trägerfreien Lösung auf einem Zählschälchen eingetrocknet und dann gezählt. Als Detektor kann ein Gasdurchflußzähler oder ein α-Scintillationskristall dienen. Zur Ausführung einer Doppelbestimmung werden 6—8 Std benötigt. Die untere Bestimmungsgrenze liegt je nach der verwendeten Zählanordnung bei 5—10 dpm Ra/l, die chemische Ausbeute des Trennungsganges beträgt $77 \pm 4\%$. Die radiochemische Reinheit der Meßpräparate wurde durch α-Impulshöhenanalyse geprüft.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 926—927 (1960). Raw Materials Development Lab., National Lead Co., Winchester, Mass. (USA). K. H. Neeb

Zur Bestimmung geringster Mengen Kupfer, Blei und Cadmium in Uransalz verwenden W. Kemula, E. Rakowska und Z. Kublik[1] die kathodische Anreicherung der Spurenelemente im hängenden Quecksilbertropfen und die Analyse an Hand der Stromspannungskurve bei anodischer Wiederauflösung. 10^{-6} % Cd und 10^{-5} % Cu und Pb sind auf diese Weise noch mit einer Genauigkeit von etwa 10% bestimmbar. — *Arbeitsvorschrift.* Vor der Analyse wird die Grundlösung (0,1 m Kaliumcarbonatlösung) durch 3—30 min lange Elektrolyse am hängenden Quecksilbertropfen bei starker Rührung (540 U/min) von Verunreinigungen befreit, anschließend deren Metallgehalt (nach 30 sec) durch anodische Polarisation mit steigender Spannung (−0,4 V/min) in der Stromspannungskurve festgehalten. Dann wird die Probe an Uransalz, z. B. 0,2 ml einer 0,5 m Lösung je 10 ml Grundlösung, zugefügt und, soweit möglich, im hängenden Tropfen angereichert, anschließend durch anodische Polarisation wieder aufgelöst. Das dabei aufgenommene Polarogramm wird durch Vergleich mit Eichkurven oder nach der Methode mit

Eichzusätzen ausgewertet. In Kaliumcarbonatlösung unlösliche Uranverbindungen werden in Salpetersäure gelöst (z. B. 5 g U_3O_8 in 10 ml oder 100 mg in 0,2 ml) und in so stark konzentrierter Carbonatlösung (0,2 m) aufgenommen, daß dennoch sämtliches Uran als Carbonatkomplex gebunden werden kann. Durch Verringerung der Geschwindigkeit der Spannungsänderung während der anodischen Polarisation des hängenden Tropfens (−0,1 V/min) kann die Auflösung eng benachbarter Minima in der Stromspannungskurve verbessert werden, sofern nicht ein Anhalten des Spannungsdurchgangs beim Minimum vorgezogen wird, so daß die Oxydation der Metalle nacheinander von der Null-Linie beginnt. Bei hinreichend blei- oder zinkfreier Probe- und Grundlösung ist ein Gehalt von $5 \cdot 10^{-10}$ m an Cd sogar noch feststellbar. Die Reproduzierbarkeit der Stromspannungs-Minima liegt bei $\pm 4\%$; eine Analyse nimmt 1, höchstens 2 Std in Anspruch.

[1] J. electroanal. Chem. **1**, 205—217 (1960). Inst. Physical. Chem., Poln. Akad. Wiss., Univ. Warschau (Polen). K. Cruse

Zur Chloridbestimmung in Uranylsulfatlösungen mit 0,2—2 μg Chlorid je Milliliter haben R. G. Ball, D. L. Manning und O. Menis[1] den Weg über die anodische Abscheidung des Chlorids als Quecksilberchlorid und die polarographische Bestimmung bei dessen Wiederauflösung gewählt. — *Vorschrift.* Die Probe mit 2—20 μg Chlorid wird mit je 1 ml 1 m Kaliumnitrat- und Citronensäurelösung versetzt, auf 10 ml aufgefüllt und an einem ruhenden, halbkugelförmigen Quecksilbertropfen (etwa 0,0025 cm², auf einer Capillare von 0,4 mm ⌀) bei + 0,4 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode 15 min unter Rühren mit einem mindestens 4 mm entfernten Magnetrührer (450 U/min) elektrolysiert. In der gleichen Anordnung wird dann das Polarogramm bei einem Spannungsdurchlauf von +0,36 nach + 0,1 V mit 0,1 V/min Geschwindigkeit aufgenommen und die Spitzenhöhe bei + 0,33 V vermessen. Es muß mit Blind- und Standardprobe verglichen werden. Sind mehr als 2 μg Bromid in der Lösung enthalten, so liegt der Fehler über 5%. Bis zu 40 μg Jodid, 30 μg Chrom, 60 μg Eisen(III) sowie Cu, Mo und Ni in Milligrammen beeinflussen die Analyse nicht. Bei Zusatz von Nitrilotricessigsäure (0,001 m) liegt die Toleranz für Eisen sogar bei 200 μg.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 621—623 (1960). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). K. Cruse

Zur quantitativen Analyse von Radionuklidgemischen hat A. L. Boni[1] die Methode von E. L. Geiger[2] modifiziert und für die Bestimmung von *Ruthenium, Zirkonium, Niob, Neptunium, Kobalt, Eisen, Zink, Strontium, Seltene Erden, Chrom* und *Caesium* verwendet. Man arbeitet mit einer *Anionenaustauschersäule* (17 × 0,9 cm innerer ⌀), die 13 cm hoch mit Dowex 2 x 8 (200—400 mesh) in der Chloridform gefüllt ist. Zur Überführung in die Hydroxydform wird die Säule erst mit 150 ml 2 m Natronlauge und anschließend mit 200 ml dest. Wasser behandelt. Zur *Rutheniumabtrennung* verwendet der Verf. abweichend von Geiger[2] nur 1 ml Trägerlösung und 1 ml einer 0,2 g Thioacetamid je Milliliter enthaltenden Lösung. Die *Rutheniumbestimmung* entspricht der zweiten von Geiger[2] beschriebenen Fällung. — Zur *Strontiumabtrennung* setzt man 1 ml Strontiumträgerlösung (20 mg/ml), 1 ml Bariumträgerlösung (20 mg/ml), 1 ml Caesiumträgerlösung (1 mg/ml) und 1 ml Certrägerlösung (2,5 mg/ml) zum Filtrat der Rutheniumabtrennung. Nach dem Eindampfen zur Trockne setzt man 2 ml konz. Salpetersäure zu und bringt die Lösung mit Hilfe von 25 ml rauchender Salpetersäure in ein 50 ml-Zentrifugenglas. Nach 15 min wird zentrifugiert, die Fällung mit 10 ml rauchender Salpetersäure gewaschen, und begonnen, die vereinigten Lösungen zur Trockne einzudampfen. Man löst die Fällung in 2 ml Wasser, setzt 1 ml Certrägerlösung (siehe oben) und 25 ml rauchende Salpetersäure zu, kühlt ab, zentrifugiert nach

15 min und vereinigt die überstehende Flüssigkeit mit den oben erhaltenen. Die Fällung wird nochmals mit 10 ml rauchender Salpetersäure wie oben gewaschen, und alle Flüssigkeiten werden vereinigt zur Trockne eingedampft. — Zur *Strontiumbestimmung* löst man die Fällung in 10 ml Wasser, setzt 1 ml Eisenträgerlösung (5 mg/ml) und 1 ml konz. Ammoniak zu, zentrifugiert, wäscht die Fällung mit 5 ml 3 m Ammoniak 2mal, verwirft den Niederschlag und muß eventuell vorhandenes Barium-140 jetzt mit Hilfe der Chromattrennung abtrennen. Die vereinigten überstehenden Flüssigkeiten werden siedend mit 2 ml gesätt. Ammoniumoxalatlösung versetzt, nach 5 min zentrifugiert, die Fällung wird in 2 m Salpetersäure gelöst und sofort die Strontiumaktivität mit einem Geiger-Müller-Zählrohr bestimmt. — Zur *Abtrennung der Seltenen Erden und des Yttriums* löst man den Rückstand, der bei der Strontiumabtrennung erhalten wurde, in 5 ml Wasser, setzt 1 ml Zirkoniumträgerlösung (20 mg/ml) und 5 ml einer Säuremischung (0,2 n H_2SO_4; 0,6 n HF) zu, bringt nach 15 min die Lösung mit Hilfe von 5 ml einer 0,1 n schwefel- und 0,3 n flußsauren Lösung in ein 50 ml-Zentrifugenglas, zentrifugiert, und bringt die überstehende Flüssigkeit auf eine Dowex 2-Säule (siehe oben), die mit 15 ml der 0,1 und 0,3 n Säuremischung behandelt worden ist. Die Fällung wird noch 2mal mit je 5 ml der Säuremischung behandelt; auch diese 5 ml werden auf die Dowex 2-Säule gegeben. Zur *Bestimmung der Seltenen Erden und des Yttriums* wird die Fällung in 2 ml gesätt. Borsäurelösung und 1 ml Salpetersäure gelöst, mit 2 ml Zirkoniumträgerlösung (10 mg/ml), 3 ml Wasser und 15 ml 7 n Flußsäure versetzt, nach 15 min zentrifugiert und die Fällung 2mal mit je 5 ml 5 n Flußsäure gewaschen. Man setzt 2 ml 2 n Salpetersäure zur Fällung und bestimmt sofort die Aktivität der Seltenen Erden und des Yttriums. — Zur *Zirkonium-Niob-Abtrennung* wäscht man die Dowex 2-Säule in 5 ml-Portionen mit 40 ml einer 0,1 n schwefel- und 0,3 n flußsauren Lösung, und dampft die Eluate zur Trockne ein. Mit 50 ml 6 n salz- und 0,5 n flußsaurer Lösung werden anschließend Zirkonium und Niob eluiert. Man dampft das Eluat auf 2 ml ein und bestimmt die Aktivität mit einem Gamma-Scintillationszähler. — Zur *Abtrennung von Neptunium, Kobalt, Eisen und Zink* löst man den bei der Zirkonium-Niob-Abtrennung erhaltenen Rückstand in möglichst wenig heißer konz. Salzsäure, bringt die Lösung auf eine Dowex 2-Säule, die mit 15 ml konz. Salzsäure behandelt worden ist, wäscht die Säule in 5 ml-Portionen mit 40 ml konz. Salzsäure, und dampft die Eluate gemeinsam zur Trockne ein. — Zur *Neptuniumbestimmung* eluiert man mit 40 ml 8,5 n salz- und 0,5 n flußsaurer Lösung, dampft das Eluat auf 2 ml ein, und bestimmt die Aktivität mit einem Gamma-Scintillationszähler. — Zur *Kobaltbestimmung* eluiert man mit 30 ml 5 n Salzsäure und bestimmt wie bei Neptunium die Aktivität. — *Eisen* wird mit 30 ml 0,5 Salzsäure eluiert und wie oben bestimmt. — *Zink* läßt sich mit 50 ml 0,005 n Salzsäure eluieren und wie oben bestimmen. — Zur *Caesiumabtrennung* löst man den bei der Abtrennung von Neptunium, Kobalt, Eisen und Zink erhaltenen Rückstand in 5 ml Salpetersäure, bringt alles mit 15 ml Wasser in ein 50 ml-Zentrifugenglas, setzt 1 ml 0,05 m Phosphor-Wolframsäurelösung zu, zentrifugiert nach 10 min, wäscht die Fällung 2mal mit 4 n Salpetersäure und dampft die vereinigten Flüssigkeiten auf 2 ml ein. — Die Fällung wird zur *Caesiumbestimmung* in möglichst wenig Wasser aufgeschlämmt oder in einigen Millilitern 5%iger Natronlauge gelöst. Die Aufschlämmung wird mit einem Geiger-Müller-Zählrohr, die Lösung mit einem Gamma-Scintillationszähler auf die Caesium-137-Aktivität hin vermessen. — Zur *Chrombestimmung* vermißt man die Aktivität der oben erhaltenen 2 ml (Caesiumabtrennung) mit einem Gamma-Scintillationszähler.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 599—604 (1960). E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Aiken, S.C. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **31**, 806 (1959); vgl. diese Z. **175**, 42 (1960).

KLAUS BRODERSEN

Die Auftrennung von Gemischen langlebiger Spaltprodukte kann nach T. Kiba, S. Ohashi und T. Maeda[1] durch Extraktion vorgenommen werden. Die 3 n salzsaure Ausgangslösung, die $^{95}Zr/^{95}Nb$, ^{144}Ce, ^{147}Pm, $^{90}Sr/^{90}Y$, ^{106}Ru und ^{137}Cs enthält, wird zuerst mit Kupferron-Chloroform in Anwesenheit von Hydroxylamin ausgeschüttelt, wobei ^{95}Zr und ^{95}Nb in die organische Phase übergehen. Die wäßrige Phase wird mit Ammoniak und Ammoniumacetat auf p_H 4—5 gebracht und nach Zusatz von 3 ml einer 5%igen Kupferronlösung werden ^{144}Ce, ^{147}Pm und ^{90}Y mit Chloroform extrahiert. Zur vollständigen Abtrennung ist eine zweimalige Wiederholung der Extraktion notwendig, wobei jedesmal wieder 3 ml Kupferronlösung zugegeben werden. Aus der mit Ammoniak auf p_H 8 eingestellten wäßrigen Phase kann dann ^{90}Sr durch dreimaliges Schütteln mit einer 0,05 m Lösung von Thenoyltrifluoraceton in Isobutylketon extrahiert werden. Den letzten Schritt schließlich stellt die Extraktion von ^{106}Ru mit Tributylphosphat-Kerosin aus 5 n salzsaurer, 2% $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ enthaltender Lösung dar; ^{137}Cs verbleibt in der wäßrigen Phase. Alle Nuklide können aus den organischen Phasen durch Schütteln mit Salpetersäure wieder rückextrahiert werden. Zur Gewinnung von trägerfreiem ^{106}Ru wird die Extraktion vorteilhaft mit reinem, mit 5 n Salzsäure gesätt. Tributylphosphat aus 5 n salzsaurer, 5% Hydroxylaminhydrochlorid enthaltender Lösung vorgenommen. Das Nuklid wird durch Schütteln der organischen Phase mit konz. Salpetersäure wieder rückextrahiert; die nun noch vorliegenden Reste an Hydroxylamin werden durch Neutralisation der Salpetersäure mit Ammoniaklösung und Erhitzen zerstört.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **33**, 818—821 (1960). Dep. Chem. Fac. Sci., Univ. Kanazawa (Japan). K. H. Neeb

Zur Bestimmung von Cer-144 in Uran-Spaltprodukten haben J. J. McCown und R. P. Larsen[1] die Extraktionsmethode von D. F. Peppord, G. W. Mason und S. W. Moline[2] mit Erfolg verwenden können. Die Verff. erhielten eine Ausbeute von 98,5 ± 0,8% an Radio-Cer. — *Ausführung.* Man raucht zunächst Proben, die mehr als 0,1 m salzsauer sind, mit 10 m Salpetersäure ab, bis die Lösung weniger als 0,1 m Salzsäure enthält. Einen aliquoten Teil dieser Probelösung fügt man zu 5—10 ml einer 10 m salpetersauren 1 m Kaliumbromatlösung, setzt das gleiche Volumen einer 0,75 m Bis(2-äthylhexyl)phosphorsäurelösung in n-Heptan (25 ml Reagens und 75 ml n-Heptan mischen) zu und schüttelt 2 min lang im Scheidetrichter. Man wäscht die organische Phase anschließend 2mal mit 5—10 ml frisch bereiteter Salpetersäure-Kaliumbromatmischung, extrahiert das Cer durch 10 min langes Schütteln in ein gleichgroßes Volumen frisch bereiteter 10 m salpetersaurer 3%iger Wasserstoffperoxydlösung, fügt 10 –20 mg Rutheniumchlorid in 3 n Salzsäure und 2 ml konz. Perchlorsäure zu, erhitzt bis zum Auftreten von Nebeln, setzt nochmals 10—20 mg Rutheniumträger zu und dampft zur Trockne ein. Man löst das Cer nun in einigen Millilitern 6 n Salzsäure und bestimmt die Aktivität mit einem Gamma-Scintillationszähler oder mit einem Beta-Zählrohr.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 597—599 (1960). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA). — [2] J. Inorg. nucl. Chem. **5**, 141 (1957). Klaus Brodersen

Den Gehalt an Titan in n-Butyltitanat bestimmt Ja. I. Čulkov[1] durch Titration mit ÄDTA nach Zersetzung der Verbindung mit konz. Salzsäure und anschließender Überführung des Titans mit H_2O_2 in Peroxytitansäure. — *Ausführung.* 0,3 g der Probe werden mit 2 ml konz. Salzsäure versetzt und zur Zersetzung und völligen Lösung der Probe leicht erhitzt. Die Lösung wird dann auf 250 ml aufgefüllt. Zur Bestimmung des Gehaltes an dreiwertigem Eisen werden 50 ml der Auffüllung mit 50 ml Wasser verdünnt und auf 40—50° C erwärmt. Dann gibt

man 0,1 ml einer 10%igen alkoholischen Salicylsäurelösung hinzu und titriert mit 0,05 n ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag des Indicators (Violett → schwach Orangegelb). Zur Bestimmung der Summe von Eisen und Titan werden wieder 50 ml der Auffüllung auf 100 ml verdünnt [wurde weniger als 0,8% Fe gefunden, so setzt man 2 ml 0,05 n Eisen(III)-lösung zu] und auf 40—50° C erwärmt. Zu der warmen Lösung gibt man 0,1 ml der Salicylsäurelösung und 2 Tr. 30%iger Wasserstoffperoxydlösung zu und titriert mit 0,05 n ÄDTA bis zum Umschlag des Indicators. Aus der Differenz der beiden Titrationen ergibt sich der Gehalt Titan in der Probe. Mg, Al, Mn, Cl^-, SO_4^{2-} und SiO_3^{2-} stören nicht, V stört die Bestimmung des Titans. Die mitgeteilten Ergebnisse von Doppelbestimmungen an drei Proben zeigen eine Streubreite von 0,3—0,6% (absolut) und ähnliche Abweichungen von gravimetrisch bestimmten Werten.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 272—273 (1960) [Russisch]. Lenin-Inst. f. Elektrotechnik (UdSSR). H. Wunderlich

Zur schnellen zerstörungsfreien Bestimmung kleiner Selengehalte in elementarem Schwefel und schwefelhaltigen Salzen zieht M. Okada[1] die Neutronenaktivierung mit anschließender γ-Spektrometrie heran. Das Probematerial (0,1—0,5 g) wird 20 sec lang einem Neutronenfluß von $3 \cdot 10^{11}$ n · cm^{-2} sec^{-1} ausgesetzt und nach 15 sec Abklingzeit der 0,16 MeV-Photopeak des ^{77m}Se (Halbwertszeit 17,5 sec) zweimal im Abstand von 20 sec mit einem 256-Kanal-Impulshöhenanalysator aufgenommen. Durch diese Bestimmung der γ-Energie und der Halbwertszeit kann das ^{77m}Se eindeutig identifiziert werden. Die untere Erfassungsgrenze der Methode liegt bei 0,02 ppm.

[1] Nature (London) **187**, 594—595 (1960). Government Chem. Ind. Res. Inst., Tokio (Japan). K. H. Neeb

Eine Thoriumbestimmung in fluoridhaltigen Salzgemischen beschreiben R. F. Apple und J. C. White[1]. — *Arbeitsvorschriften. LiF-BeF_2-UF_4-ThF_4-Gemisch.* Die Probe wird in Perchlorsäure-Borsäure gelöst, zur Vertreibung des Bortrifluorids erhitzt und mit 1 m Perchlorsäure auf ein bestimmtes Volumen verdünnt. Ein 3—15 mg Thorium enthaltender aliquoter Teil wird in einem 150 ml-Becherglas mit 20 ml Wasser, 3 ml Acetatpuffer (siehe unten) versetzt und durch Zusatz von 20%iger Natronlauge auf p_H 4,0 ± 0,2 gebracht. Nach Zugabe von 4—6 Tr. Xylenolorangelösung (100 mg Indicator + 10 ml Äthanol + Wasser auf 100 ml) wird ein gemessenes Volumen 0,01 m ÄDTA-Lösung im Überschuß zugegeben, wobei der Indicator von Rosa nach Gelb umschlägt. Anschließend wird mit 0,01 m Kupferlösung (siehe unten) bis zum Umschlag des Indicators zurücktitriert. Die 0,01 m ÄDTA- und die 0,01 m Kupferlösung werden durch Titration gegeneinander eingestellt. — *LiF-BeF_2-UF_4-ThF_4-CeF_3-Gemisch.* Die Probe wird zunächst wie oben behandelt. Der 5—20 mg Thorium enthaltende aliquote Teil wird in einem Scheidetrichter mit Salzsäure versetzt, bis die Lösung 6 m an Salzsäure ist. Dann werden 5 ml 0,1 m Tri-n-octylphosphinoxidlösung (38,6 g in einem Liter Cyclohexan) zugegeben. Nach 10 min Schütteln und Trennung der Phasen werden 4 ml der organischen Phase in einen Scheidetrichter gegeben, der 20 ml 0,3 m Schwefelsäure enthält. Es wird wiederum 10 min geschüttelt. Nach Trennung der Phasen werden 15 ml der wäßrigen Schicht in ein 150 ml-Becherglas gegeben, mit 3 ml Acetatpuffer versetzt und mit 20%iger Natronlauge auf einen p_H-Wert von 3 ± 0,2 gebracht. Dann werden 4—6 Tr. Xylenolorangelösung zugesetzt. In diesem Fall wird das Thorium direkt mit 0,01 m ÄDTA-Lösung titriert. — *Mikromengen.* Die 1—200 μg Thorium enthaltende Probe wird in einem 150 ml-Becherglas auf 15 ml verdünnt, mit 1 ml 5%iger Ascorbinsäurelösung und 3 ml Acetatpuffer versetzt.

Dann wird nach der ersten Vorschrift gearbeitet, nur daß 0,001 m ÄDTA- und 0,002 m Kupferlösung verwendet werden. — *Acetatpuffer.* 136 g $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ werden in 200 ml Wasser gelöst, mit 57 ml Eisessig versetzt und auf einen Liter verdünnt. — *Kupferlösung.* Man löst 635 mg Kupfer in 200 ml 2 m Salpetersäure und verdünnt auf einen Liter.

[1] Chemist-Analyst **49**, 42—43 (1960). Anal. Chem. Div., Oak Ridge National Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA). R. Ellmer

Die Abtrennung von Fluoriden aus Katalysatormassen, wie sie in der *Erdölraffination* verwendet werden, führen D. C. Hoel, D. T. Fanale und R. O. Clark[1] durch *Pyrohydrolyse* mit der Knallgasflamme durch. Die Probe mit mindestens 1 mg Fluorid wird in einen Zirkonsintertiegel gebracht und mit Quarzfasern (Refrasil) überschichtet. Der Tiegel wird in waagerechter Haltung in einem Quarzverbrennungsrohr befestigt. Dann wird der Knallgasbrenner entzündet und so in das Quarzrohr eingeführt, daß die Flamme gegen die Probe brennt. Durch Regeln der Strömungsgeschwindigkeit von H_2 und O_2 wird eine Flammenlänge von 4—5 cm eingestellt. Nach 5 min wird die Flamme entfernt. Das entweichende Gasgemisch wird durch 15 ml 0,1 n Natronlauge hindurchgeleitet. Nach Filtration kann in der Lösung das Fluorid nach S. Megregian[2] spektrophotometrisch gemessen werden. 0,3—3% Fluorid lassen sich mit einem Fehler von 0,04% bestimmen. Pt, Mg, Co, Mo, Cl, S und andere Elemente, die in den Katalysatoren häufig enthalten sind, stören nicht.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 83—88 (1960). Gulf Res. & Development Co., Pittsburgh, Pa. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **26**, 1161 (1954); vgl. diese Z. **154**, 284 (1957). G. Denk

Phosphat in Düngemitteln und Phosphorbronze läßt sich nach T. Dono, G. Nakagawa, T. Nomura und M. Aoki[1] polarographisch gut bestimmen, wenn es mit Wismutperchlorat in Perchlorsäure gefällt und das gefällte $BiPO_4$ nach Auflösen in Salpetersäure auf Wismut polarographiert wird. — *Vorschrift.* Die Probe mit mindestens 0,1 mg P wird zunächst in 0,6—0,9 n Perchlorsäure gefällt, dann wird zwecks Entfernung von Chlorid, Fluorid und Nitrat abgeraucht und die Fällung in mindestens 0,6 n Salpetersäure gelöst. Sulfat muß mit Bariumsalz abgetrennt und, sofern anwesend, müssen auch Sn, W, Cr, Mo und Fe (bei großen Gehalten an Fe) chemisch entfernt werden, bevor nach Durchperlen von Stickstoff polarographiert wird. Bei Gehalten von 0,2 bis $1 \cdot 10^{-3}$ m an Phosphat liegt der Fehler unter $\pm$ 1%, er steigt bei 10^{-4} m Lösung auf etwa 10%.

[1] Jap. Analyst **9**, 96—99 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nagoya Inst. of Techn. (Japan). K. Cruse

Über die Pentosanbestimmung in Böden stellen N. C. Mehta und H. Deuel[1] kritische Untersuchungen an. Sie finden, daß die colorimetrische Oxinmethode[2] spezifischer und genauer ist als die üblich angewendete Phoroglucinmethode[3], die bis zu 100% höhere Werte gibt. Verff. führen Bestimmungen mit beiden Methoden nach den Originalvorschriften aus. Bei der Destillation des Bodens werden bei der Phloroglucinmethode 400 ml 12%ige Salzsäure, bei der Orcinmethode 225 ml 13,2%ige Salzsäure verwendet. Die Eichkurve wird mit Xylose-Arabinose (1:1) aufgenommen, und die optischen Messungen werden mit einem Beckman DU-Spektrophotometer durchgeführt. In den so gewonnenen Salzsäuredestillaten von Böden werden keine anderen Aldehyde als Furfurol (88%), Methylfurfurol (10%) und Hydroxymethylfurfurol (2%) gefunden, wie durch Chromatographie der DNPH-Derivate ermittelt wird. Formaldehyd findet sich nur im Destillat von

Lignin, frischem und verrottetem Weizenstroh und Hochmoortorf. Verff. können auch die Vermutung verneinen, daß Furfurol noch aus anderen Substanzen als Pentosen und Uronsäuren entsteht. Die Ungenauigkeit lag deshalb lediglich in der colorimetrischen Endbestimmung.

[1] Z. Pflanzenernähr. Düng. Bodenkunde **90**, 209—218 (1960). Agrikult. Inst., Eidg. Techn. Hochschule, Zürich (Schweiz). — [2] Deuel, H., u. P. Dubach: Z. Pflanzenernähr., Düng. Bodenkunde **82**, 97 (1958). — Johansson, A.: Svensk Papperstidn. **55**, 820 (1952). — [3] Assoc. off. Agric. Chemists, Official Methods of Analysis, 7th ed., p. 350, Washington 1950. Margot Zimmermann

---

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Eine kritische Betrachtung der Methoden zur Bestimmung von Zink in Insulinpräparaten geben L. Molle u. G. Patriarche[1]. Verff. besprechen im einzelnen die spektrophotometrische Bestimmung mit Dithizon (nach USP XV), die volumetrische Extraktionstitration mit Dithizon (nach dem internationalen und britischen Arzneibuch), das komplexometrische Verfahren mit Eriochromschwarz T oder mit PAN als Indicator, die polarographische Bestimmung und die bromocoulometrische Methode mit Zinkoxinat. — Während die übrigen Verfahren sich auf alle Insulinpräparate anwenden lassen, eignet sich die komplexometrische Titration mit Eriochromschwarz T nicht für Insulin-Protamin-Zink und nicht für Insulin-NPH und die komplexometrische Titration mit PAN nicht für Insulin-Protamin-Zink. Als universell brauchbarstes Verfahren hat sich die polarographische Bestimmungsmethode erwiesen, während sich die Bestimmung mit Dithizon und die bromocoulometrische Bestimmung mehr für Serienanalysen eignen als für einzelne Kontrollanalysen, da sie zu lange Zeit beanspruchen, und die komplexometrische Bestimmung zwar schnell durchführbar ist, aber nicht auf alle Insulinpräparate angewendet werden kann. Ein Vergleich der prozentualen Fehler der einzelnen Methoden gegenüber den polarographisch ermittelten Werten zeigt, daß das USP XV-Verfahren die unterschiedlichsten Resultate liefert (Fehler zwischen $-35{,}3$ und $+22{,}3\%$); die Fehler nach dem Verfahren des Internationalen Arzneibuches liegen zwischen $-15{,}2$ und $+20{,}7\%$, die nach dem Verfahren des britischen Arzneibuches zwischen $-9{,}2$ und $+30{,}6\%$, die komplexometrisch mit Eriochromschwarz T ermittelten Werte zeigen einen Fehler zwischen $-10{,}8$ und $+53\%$, die mit PAN zwischen $-28{,}0$ und $+24{,}2\%$. Die Fehler der polarographischen Methode liegen zwischen $-10{,}5$ und $+7{,}8\%$ und die coulometrischen zwischen $-6{,}8$ und $+3{,}3\%$ bei durchschnittlich 4 Bestimmungen.

[1] J. Pharmac. Belgique, N. S. **15**, 26—48 (1960). Lab. de Chim. analyt. et de Chim. pharmac. inorg., Univ. Libre, Brüssel (Belgien). Liselott Johannsen

Zum Nachweis von Schwefel in Thioäther- und Thioketongruppen kann nach V. G. Belikov[1] eine Tüpfelreaktion mit Natriumnitroprussid nach vorangegangenem Erhitzen mit Natronlauge (Bildung von Sulfid) dienen. Es wird eine Reihe von *Arzneipräparaten, biologischen Materialen, ätherischen Ölen, Aminosäuren und Eiweißstoffen* untersucht. Die Empfindlichkeit beträgt 0,5—6 μg. — *Arbeitsweise.* 1 Tr. 2—3%iger Lösung in 10%iger Natronlauge (oder 0,003—0,005 g der zu untersuchenden Substanz und 1—2 Tr. 10%iger Natronlauge) werden im Porzellanmikrotiegel zur Trockne verdampft und bis zum Erscheinen rötlicher bzw. hellbrauner Färbung weiter erhitzt. Nach dem Abkühlen werden 1—2 Tr. 0,1%iger wäßriger Natriumnitroprussidlösung zugesetzt, wobei in Gegenwart von Thioäther- und Thioketongruppen ein roter bzw. rotvioletter Farbfleck entsteht. Ichthyol und

Albichthyol, Phenothiazinprodukte, wie auch Präparate, die 4- oder 6wertigen Schwefel enthalten, geben keine ähnliche Reaktion. Sulfide stören den Nachweis.

[1] Ž. anal. Chim. **14**, 612—616 (1959) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Pharmaz. Inst., Pjatigorsk (UdSSR). DAMJANA VUKANOVIĆ

Zur Gehaltsbestimmung von Kobalt(II)-chlorid hat C. G. VAN ARKEL[1] die in der niederländischen Pharmakopoe (Ed. VI) festgelegte Methode so verbessert, daß zuverlässig reproduzierbare Werte erhalten werden. — *Arbeitsweise.* Die Einwaage (600 mg) wird in einem 500 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 20 ml Wasser, 5 g Natriumhydrogencarbonat und 5 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd versetzt. Nach 10 min verdünnt man mit 75 ml Wasser, in denen 5 g Kaliumjodid gelöst sind. Man neutralisiert vorsichtig mit verdünnter Salzsäure, setzt nach dem Aufhören der weiteren Gasentwicklung 10 ml verd. Salzsäure im Überschuß zu und titriert mit 0,1 n Thiosulfatlösung [1 ml 0,1 n Thiosulfatlösung entspricht 12,98 mg $CoCl_2$].

[1] Pharmac. Weekbl. **95**, 452—454 (1960) [Holländisch]. Lab. voor Artsenybereidkunde, Univ. Amsterdam (Holland). KLAUS BRODERSEN

Beim Vergleich einiger Methoden zur Stärkebestimmung in Verbandstoffen, der von A. ŠIMKOVÁ und A. HALLER[1] durchgeführt wurde, erwies sich das Verfahren von N. SCHOORL[2] am geeignetsten. Es beruht darauf, daß die Stärke direkt auf der Faser durch Salzsäure hydrolysiert und die entstehende Glucose mit Fehlingscher Lösung bestimmt wird. — *Arbeitsweise.* Aus der stärkehaltigen Binde werden in Abständen von mindestens 1 m 5×2 cm-Stücke herausgeschnitten und je 0,7—0,8 g dieser Proben mit 150 ml Wasser und 16 ml 25%iger Salzsäure 90 min am Rückfluß gekocht. Man neutralisiert mit 50%iger Kalilauge gegen Methylorange und überführt das Hydrolysat in einen 250 ml-Meßkolben, den man mit Wasser zur Marke auffüllt. Zu 25 ml dieser Lösung gibt man 10 ml Fehling I (siehe unten) und 10 ml Fehling II, kocht schnell auf und hält genau 2 min am Siedepunkt. Man kühlt ab und gibt 3 g Kaliumjodid und 25 ml 25%ige Schwefelsäure zu. Man schwenkt um und titriert sofort mit 0,1 n Thiosulfatlösung bis zur schwachen Gelbfärbung und nach Zugabe von 3 ml Stärkelösung bis zur Entfärbung. Die der verbrauchten Menge Thiosulfat (Verbrauch der Probe abzüglich des Verbrauchs eines Leerversuchs) entsprechenden Glucosemengen werden einer Tabelle[2] entnommen, die auch im Original wiedergegeben ist. Diese Menge mit 9,4 multipliziert ergibt den Stärkegehalt der Einwaage an Verbandmaterial. — *Fehling I.* 69,28 g Kupfersulfat ($CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$) werden in Wasser gelöst, zu 1000 ml aufgefüllt und durch Asbest filtriert. — *Fehling II.* 346 g Kaliumnatriumtartrat und 50 g Kaliumhydroxyd werden in Wasser gelöst, zu 1000 ml aufgefüllt und durch Asbest filtriert.

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **99**, 113—115 (1960). Staatsanstalt für Arzneimittelkontrolle, Prag (ČSR). — [2] SCHOORL, N.: Z. Angew. Chem. **12**, 633 (1899); vgl. diese Z. **39**, 472 (1900). URSULA BAUMANN

Die ätherischen Öle von Fenchel, süßem Fenchel, Anis und Sternanis können nach den Feststellungen von M. FUJITA und M. NAGASAWA[1] mit Hilfe ihrer *IR-Absorptionsspektren* eindeutig unterschieden werden. So zeigt die Propenylgruppe des *Anethols* ein typisches Absorptionsmaximum bei 961 cm^{-1}, *Fenchon* bei 1743 cm^{-1}. Die Öle von Anis und Sternanis besitzen charakteristische Absorptionsunterschiede bei 1371 cm^{-1}, die durch die absorptiven Eigenschaften der Isopropylgruppe in *Cineol, Terpineol* und *Phellandren* bedingt sind. Das Original enthält eine Reihe von IR-Absorptionsspektren mit Angaben über die charakteristischen Frequenzen der in Frage kommenden Substituenten.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 598—603 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) K. SÖLLNER

Citronenöl[1] läßt sich mit Hilfe von n-Pentan in zwei Fraktionen trennen, wovon die eine die Kohlenwasserstoffe (Terpene), die andere die sauerstoffhaltigen Verbindungen wie Ester, Aldehyde, Ketone usw. enthält. Dadurch wird eine getrennte Untersuchung möglich, die die Analyse erleichtert. J. R. Clark und R. A. Bernhard[2] bestimmen die Kohlenwasserstoffe, indem sie 15 g Kieselsäure, die 3 Std bei 125° C getrocknet war, zu einer Lösung von 10,0 g Citronenöl in 75 ml n-Pentan zugeben und 2 Std unter mehrfachem Schütteln stehen lassen. Durch ein Glassinterfilter wird die Pentanfraktion abgesaugt und 1 Std mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Die Fraktion der sauerstoffhaltigen Verbindungen wird von der Kieselsäure mit 75 ml absol. Alkohol durch 2 Std Stehen abgelöst. Die abfiltrierte Äthanollösung wird wieder mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet. Beide Lösungen werden filtriert und die Lösungsmittel bei 30° C und ca. 1,0 mm Hg verdampft. Die Fraktionen werden bei −10° C aufbewahrt. Zur Gas-flüssig-Chromatographie diente ein Aerograph A90-C. Als stationäre Phase wurden in einer 2,70 m hohen Säule von 0,6 cm ∅ LAC-2-R 446, LAC-1-R 296 und Methylabietat auf Kieselgur (Sil-O-Cel C-22, 30—60 mesh) benutzt. Es wurden in der Terpenfraktion nachgewiesen und im Vergleich mit bekannten Substanzen identifiziert: *α-Pinen, Camphen, β-Pinen, Myrcen, D-Limonen, Terpinolen, γ-Terpinen* und *p-Cymen.*

[1] Frühere Mitteilungen von R. A. Bernhard: J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 915 (1957). — Food Res. **23**, 213 (1958); vgl. diese Z. **161**, 460 (1958); **167**, 206 (1959). — [2] Food Res. **25**, 389—394 (1960). Dep. Food Sci. Technol., Univ. Calif., Davis, Calif. (USA). B. Rossmann

Über die gaschromatographische Untersuchung von Thymianöl berichten C. Runti und G. Bruni[1]. Die Trennung wird an einer 2 m langen Säule mit 20% Siliconöl 550 auf Celite C22 (240—560 Maschen/cm²) mit Wasserstoff als Trägergas 6,5 l/Std) vorgenommen. Das zu untersuchende Öl wird im Verhältnis 3:1 mit Lösungsmittel [Cyclohexanol, Cellosolve oder Cyclohexanol-Cellosolve (1:1)] gemischt und aufgegeben. Die Temperatur der Kolonne wird bei Cyclohexanol auf 156° C, bei Cellosolve auf 132° C und beim Gemisch auf eine der beiden Temperaturen eingeregelt. Es werden folgende Verbindungen qualitativ und quantitativ bestimmt: *l-Pinen, d-Camphen, p-Cymen, Linalool, Borneol, Geraniol, Thymol* und *Carvacrol.* Das *rote Thymianöl* enthält 61% Phenole (Thymol + Carvacrol), 29% p-Cymen, 4,5% Linalool, 3% Borneol, 3% d-Camphen + l-Pinen und 2% Geraniol. Das *weiße Thymianöl* enthält 66,5% Phenole (Thymol + Carvacrol), 17% p-Cymen, 8% Borneol, 4% Linalool, 3% d-Camphen + l-Pinen und 2% Geraniol.

[1] Boll. chim. farmac. **99**, 435—447 (1960). Ist. chim. farm., Ist. Merceologia, Univ. Trieste (Italien). Margot Zimmermann

Zur Bestimmung von Restmengen an 2-Naphthylamin in Yellow AB (1-Phenylazo-2-naphthylamin) und Yellow OB (1-o-Tolylazo-2-naphthylamin), die in USA als External D & C No. 9 bzw. 10 zur Verwendung in *Arzneimitteln und Cosmetica* zugelassen sind, haben W. D. Conway und E. J. Lethco[1] ein Verfahren ausgearbeitet. Aus der ätherischen Lösung der Farbstoffe wird das Amin bei 0° C (zur Vermeidung von Hydrolyse) mit 0,1 n Salzsäure ausgezogen. Die Bestimmung der *aromatischen Gesamtamine* erfolgt nach der Methode von A. C. Bratton und E. K. Marshall[2]: Diazotierung und Kupplung des Diazoniumsalzes mit N-(1-Naphthyl)-äthylendiamindihydrochlorid und Messung der Farbtiefe bei 565 nm. *2-Naphthylamin* wird aus dem sauren Extrakt durch Verteilungschromatographie an Celite 545 isoliert, das mit 2,5% Dimethyldichlorsilan behandelt worden war. Vom Gemisch 2-Butanol-2-Propanol-HCl-KCl-Puffer von p_H 1,0 (20:10:60) dient

die organische Schicht als stationäre, die wäßrige als mobile Phase. Das Eluat wurde mittels einer geeigneten Vorrichtung kontinuierlich bei 254 nm gemessen, um das Auftreten des Naphthylamins zu verfolgen. Die Konzentration an diesem Amin wurde dann an Hand der Extinktion der Gesamtfraktion bei dieser Wellenlänge bestimmt. Einzelheiten sind dem Original zu entnehmen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 838—841 (1960). National Cancer Inst., Nat. Inst. Health, Bethesda, Md. (USA). — [2] J. biol .Chemistry **128**, 537 (1939). L. Acker

Zur Bestimmung von Hexachlorophen (H) neben Methylsalicylat in Zahnpasten wendet H. I. Achmeteli[1] folgendes *colorimetrische Verfahren* an. Man verreibt etwa 2 g (genau gewogen) des Analysenmaterials 3mal mit je 20 ml Aceton, dekantiert dieses jedesmal in einen Kolben, dampft die vereinigten Auszüge auf dem Wasserbad zur Trockne ein und löst den Rückstand in 25 ml dest. Wasser. Nach quantitativer Überführung dieser Lösung in einen Schütteltrichter schüttelt man sie 3mal mit je 25 ml Chloroform (Clf). Die vereinigten Clf-Auszüge schüttelt man so lange mit je 25 ml dest. Wasser aus, bis folgende Reaktion negativ ausfällt: 3 ml der Waschlösung, nach Versetzen mit 5 ml Clf und 5 ml einer Lösung von 0,015 g krist. Methylenblau in 500 ml dest. Wasser (M-B) kräftig durchgeschüttelt, darf keine Blaufärbung der Clf-Phase mehr ergeben. Dann verdünnt man die gewaschene Clf-Lösung mit Clf auf 100 ml. Nun pipettiert man 10 ml M-B und 1 ml einer frisch bereiteten 2%igen wäßrigen Lösung von 4-Aminoantipyrin in einen Schütteltrichter, gibt eine 25—125 μg H enthaltende aliquote Menge der Clf-Lösung zu, ergänzt mit Clf bis zu einem Gesamtvolumen der Clf-Phase von 25 ml und schüttelt kräftig durch. Nach dem Absetzen überführt man die Clf-Schicht in einen 50 ml-Meßkolben, schüttelt die wäßrige Lösung nochmals mit 15 ml Clf aus, gibt auch dieses in den Meßkolben und füllt diesen mit Clf auf 50 ml auf. Von dieser Verdünnung bestimmt man die Extinktion bei 650 nm mit Rotfilter gegen einen Leeransatz der Reagentien. Die Ablesungen müssen innerhalb von 15 min ausgeführt werden, weil sonst ein Abblassen der Farbe erfolgt. Zur Aufstellung der Eichkurve verwendet man eine Standardlösung von 0,0500 g H in 100 ml Clf, die man entsprechend verdünnt (Absorptions- und Eichkurve im Original).

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **43**, 278—280 (1960). Res. and Develop. Labs., Bristol-Myers Co., Hillside, N. J. (USA). K. Söllner

Alkaloide. *Für die analytische Bestimmung der Komponenten von Alkaloidgemischen* geben C. Stainier, C. L. Lapière und B. Rouby[1] folgende *Arbeitsanweisungen* bekannt. *I. Lösungsgemisch von Strychninsulfat, Eserinsalicylat* und *Arecolinhydrobromid* in Wasser. Man führt zunächst die Gesamt-Alkaloidbestimmung durch, indem man 50 ml der Lösung nach Alkalisieren mit der ausreichenden Menge Natriumhydrogencarbonat mit 20 ml, 10 ml und 8mal mit je 5 ml Benzol ausschüttelt. Die vereinigten Benzolauszüge trocknet man mit wasserfreiem Natriumsulfat, schüttelt sie nach dem Filtrieren und Nachwaschen des Trockenmittels mit Benzol 2mal mit 5 ml 0,1 n Schwefelsäure, dann 3mal mit je 3 ml Wasser aus und titriert die überschüssige Säure mit Methylrot als Indicator mit 0,1 n Natronlauge zurück. In einer auf gleiche Weise gewonnenen Ausschüttelung ermittelt man den Gehalt an Strychnin nach dem UV-spektrophotometrischen Verfahren von S. Rolland-Leclercq[2] für Hydrostrychnin. Eserin bestimmt man nach der colorimetrischen Methode der Pharmacopoea Internationalis. Durch Differenzberechnung kann der Arecolingehalt festgestellt werden. — *II. Lösungsgemisch von Strychninsulfat, Eserinsalicylat* und *Veratrinsulfat* in Wasser. Man bestimmt in einem aliquoten Teil der Lösung nach dem unter I geschilderten Verfahren den

Gesamt-Alkaloidgehalt der Lösung. Strychnin ermittelt man UV-spektrophotometrisch durch Messung der Absorption bei 238, 253 und 268 nm. Veratrin läßt sich auf die gleiche Weise durch Bestimmung der UV-Absorption bei 220,4 und 239,8 nm ermitteln. Die Bestimmung des Gehaltes an Eserin führt man schließlich wie im Beispiel I colorimetrisch nach der Methode der Pharm. Int. aus.

[1] J. Pharmac. Belgique, N. S. **15**, 8—19 (1960). Lab. Analyse des Médicaments, Univ. Liége (Belgien). — [2] J. Pharmac. Belgique **2**, 283 (1947). K. Söllner

Colorimetrische Methoden für die Bestimmung von Theophyllin und Coffein gibt R. Bontemps[1] bekannt. — *Theophyllin.* In je einen 25 ml-Meßkolben gibt man 80, 120 bzw. 160 μg Theophyllin, 5 ml Boratpuffer mit 1% Natriumborat und 0,5% Borsäure und Wasser bis zu einem Volumen von 20 ml. Nachdem das Alkaloid gelöst ist und der Ansatz eine Temperatur von 20° C angenommen hat, fügt man 2,3 ml einer Lösung von 81,5 mg Dichlorchinonchlorimid in 100 ml Isopropanol zu, füllt mit dest. Wasser bis zur Marke auf und bringt die Reaktionsansätze für 1 Std und 40 min in ein Bad von 20° C. Dann überführt man die Lösungen in mit genau 25 ml Amylalkohol beschickte Dekantiergläser, schüttelt 1 min lang durch, gießt nach Trennung der Schichten die Amylalkoholphase in ein Erlenmeyer-Kölbchen ab, trocknet mit wasserfreiem Natriumsulfat und bestimmt, erforderlichenfalls nach Filtration, in einer 1 cm-Küvette die Extinktion der Lösung bei 602,5 nm gegenüber dest. Wasser. Die Farbreaktion ist spezifisch für Theophyllin. — *Coffein.* Man gibt in einen 50 ml-Meßkolben 1 ml einer Lösung von 3 ml Eisessig in 100 ml dest. Wasser, 5 ml 10%ige wäßr. Pyridinlösung und so viel einer wäßr. Coffeinlösung, daß diese 20—30 μg des Alkaloids enthält. Man ergänzt nun mit Wasser auf 18 ml und fügt 2 ml einer Mischung von 2 ml Hypochloritlösung mit 3% aktivem Chlorgehalt mit 98 ml Wasser zu. Nach genau 1 min Reaktionszeit versetzt man den Ansatz mit 2 ml 0,1 n Natriumthiosulfatlösung, nach weiteren genau 30 sec gibt man 3 ml 1 n Natronlauge zu und füllt daraufhin mit dest. Wasser bis zur Marke auf. 1 min nach Zugabe der Natronlauge ermittelt man die optische Dichte der Farblösung in einer 4 cm-Küvette bei 460 nm gegen die Lösung der Reagentien. Die Extinktionen betragen für 20 μg Coffein 0,259, für 25 μg 0,322 und für 30 μg 0,388.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **35**, 128—140 (1960). Lab. Chim., Service Contrôle Médicaments, Brüssel (Belgien). K. Söllner

Die permanganometrische Bestimmung von Ephedrin und Pseudoephedrin in Ephedra nach ihrer vorangegangenen Abtrennung in Oxalatform beschreiben M. I. Gorjaev, R. N. Sazonova, S. A. Moškevič und I. M. Šabanov[1] in Fortsetzung früherer Mitteilungen. Das abgetrennte Ephedrinoxalat[2] wird in Schwefelsäure (1:100) gelöst, die Lösung bis 80—90° C erhitzt und in der Wärme mit 0,1 n Permanganatlösung bis zur bleibenden Färbung titriert. Der Ephedringehalt wird auf Grund der Formel berechnet: $x_{\%} = \frac{a \cdot 15{,}70}{(100-b)} + \frac{c}{200}$; a = ml-Verbrauch an 0,1 n Permanganatlösung, b = Feuchtigkeitsgehalt von Ephedra in Prozent, $c = 5\%$ der Gesamtkonzentration der Alkaloide. In dem nach Abtrennung von Ephedrinoxalat verbliebenen Filtrat wird Pseudoephedrin in gleicher Weise titriert und der Gehalt berechnet: $x_{\%} = \frac{a \cdot 14{,}60}{(100-b)} - \frac{c}{200}$.

[1] Ž. prikl. Chim. **33**, 748—750 (1960) [Russisch]. Inst. f. chem. Wiss. Akad. Wiss. Kazach.SSR. — [2] Gorjaev, M. I., S. A. Moškevič, R. N. Sazonova u. I. M. Šabanov: Ž. prikl. Chim. **32**, 2313 (1959); vgl. diese Z. **178**, 159 (1961).

Damjana Vukanović

Für die Bestimmung der Sabadilla-Alkaloide empfiehlt T. WOODWARD[1] folgende *Arbeitsweise.* Man übergießt in einem 500 ml-Erlenmeyer-Kolben 10 g Sabadilla-Samen oder 50%igen Sabadilla-Puder mit genau 300 ml Äther-Chloroform (3 + 1), schüttelt 5 min lang, alkalisiert mit 10 ml Ammoniak, schüttelt 2 Std lang mechanisch, läßt über Nacht stehen, schüttelt nochmals 1 Std lang und filtriert nach dem Absitzen. 200 ml des Filtrates neutralisiert man in einem Schütteltrichter mit 3%iger Schwefelsäure gegen Lackmuspapier, gibt dann 50 ml der gleichen Säure zu, schüttelt durch und überführt den Säureauszug in einen zweiten Schütteltrichter, worin man ihn mit 50 ml Petroläther wäscht. Man wiederholt diese Ausschüttelung noch 2mal, wäscht mit dem gleichen Petroläther aus, alkalisiert die vereinigten Säureauszüge mit Ammoniak gegen Phenolphthalein und extrahiert 3mal mit je 50 ml Chloroform, wobei man jeden der Auszüge mit den gleichen 100 ml Wasser wäscht. Man filtriert dann die Chloroformextrakte durch Watte in einen Kolben und verdampft das Lösungsmittel im Vakuum. Den Rückstand nimmt man in einigen Milliliter Alkohol auf, evakuiert wieder, trocknet ihn bei 100° C 1 Std lang und wägt.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **43**, 374—375 (1960). Agric. Res. Service, US. Dep. Agricult., Beltsville, Md. (USA). K. SÖLLNER

Für die Trennung von Scopolamin (Sco), Homatropin (Ho) und Atropin (Atr) durch Anwendung von Ionenaustauscher-Chromatographie wenden T. YOSHINO und M. SUGIHARA[1] folgendes Verfahren an. Man schüttelt 13 ml Duolit CS-101 mit 200 ml einer je 0,2 m Lösung von Borsäure, Lithiumchlorid und Lithiumhydroxyd von p_H 8, bis das Harz eine Volumenzunahme von 17% erreicht hat und bringt dieses dann in eine Chromatographierröhre von 9 mm ∅ und 200 mm Höhe. Nun gibt man auf die Spitze der Austauschersäule eine Lösung von 10—25 mg Sco + Atr oder Atr + Ho. Wäscht man anschließend mit 350 ml 0,2 m Lithiumchloridlösung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von 0,4 ml/min, so wird das Sco bzw. Ho quantitativ eluiert. Bei der darauffolgenden Eluierung mit etwa 350 ml m Kaliumchloridlösung im gleichen Tempo wird in beiden Fällen das Atr vollständig ausgewaschen. Die Bestimmung von Sco im Eluat führt man colorimetrisch, die von Atr jodometrisch nach bekannten Methoden durch (Wertetabellen und Elutionsdiagramme im Original).

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 396—399 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Osaka Municipal Techn. Res. Inst. (Japan). K. SÖLLNER

Zur Identifizierung von Pholcodin (I), einem durch Einwirkung von Morpholinyl-β-chloräthyl auf Morphinnatrium in alkoholischem Milieu entstehenden Phenoläther von Morphin und seiner Trennung von Morphin (II), Codein (III) und Codethylin (IV) wenden A. ROUX und J. ROUX-MATIGNON[1] ein von ihnen früher beschriebenes mikroelektrophoretisches Verfahren[2] an. Als Elektrolyt benützt man 1%ige Essigsäure, die Sichtbarmachung der Substanzflecke führt man durch Besprühen der Pherogramme mit nach einer Vorschrift von R. PARIS und G. FAUGERAS[3] modifiziertem Dragendorff-Reagens aus. Die Laufstrecken der Alkaloide betragen nach 30 min bzw. 1 Std dauernder Elektrophorese für I 64 bzw. 132 mm, für II 52 bzw. 104 mm, für III 49 bzw. 101 mm und für IV 43 bzw. 85 mm. Zur Isolierung von I aus *Tabletten* pulvert man diese und extrahiert sie mit Äthanol, in welchem I sehr leicht löslich ist. Enthalten die Tabletten gleichzeitig alkaloidhaltige Pflanzenextrakte wie Aconit oder Belladonna, so können auch diese auf den Pherogrammen erscheinen. Aus *Sirupen* gewinnt man I, indem man von diesen 5 ml mit 10 ml Chloroform ausschüttelt, nach dem Abtrennen das Chloroform abdestilliert und die Lösung des Rückstandes in 0,5 ml Äthanol der Elektrophorese unterwirft. I-haltige *Suppositorien* extrahiert man mit so viel Äthanol, daß eine etwa 1%ige I-Lösung

entsteht und verarbeitet diese wie beschrieben weiter. Enthalten die Zäpfchen gleichzeitig alkaloidhaltige Pflanzenextrakte, so können auch diese auf dem Pherogramm erkennbar sein. Liegt neben I Amyleinchlorhydrat vor, so muß dieses vor der Elektrophorese abgetrennt werden, was durch vorhergehende Extraktion der Suppositorien mit Wasser erreicht werden kann, da I in diesem nicht löslich ist.

[1] Ann. pharmac. franç. **18**, 135—138 (1960) Pharmac. Centre hosp. rég., Grenoble (Frankreich). — [2] Roux, A.: Lyon. pharmac. **7**, 139, 167 (1956). — Ann. pharmac. franç. **14**, 212 (1956); **15**, 119 (1957); vgl. diese Z. **161**, 236 (1958). — Thése Doct. Sci., Grenoble, 1958. — [3] Ann. pharmac. franç. **13**, 359 (1955); vgl. auch diese Z. **158**, 143 (1957). K. Söllner

Für die radiochromatographische Bestimmung des Strychnin- und Brucingehaltes von Strychnostinktur und -extrakt schreiben M. Šaršúnová, J. Tölgyessy und J. Majer[1] folgendes *Verfahren* vor. Man beschickt die Startlinie eines Whatman-Papierbogens Nr. 1 aus einer Mikropipette mit genau gemessenen Mengen Strychnostinktur oder einer im Verhältnis 1:100 mit 60%igem Alkohol verdünnten Strychnosextraktlösung, trocknet die Flecken in einem Warmluftstrom und entwickelt absteigend bei 18° ± 2° C mit Butanol-Wasser (7:3) innerhalb von 16 Std. Dann taucht man die getrockneten Papierchromatogramme 3 min lang in eine Lösung von radioaktiver Phosphormolybdänsäure (^{32}P, siehe unten), wäscht sie anschließend 5mal während je 10 min mit einer Mischung von 10 Teilen Wasser und 1 Teil 25%iger Salzsäure aus und trocknet sie an der Luft. Zur Auswertung benutzt man den Röntgenfilm Indux X. Man führt die Messungen unter Verwendung eines dekadischen Reduktors (LPZ) mit GM-Röhre nach einem im Original skizzierten und beschriebenen Verfahren durch. — *Radioaktive Phosphormolybdänsäurelösung.* Man markiert 1 g 25%ige Phosphorsäure nach der Methode von J. Majer, M. Šaršúnová und J. Tölgyessy[2] mit 2 mC ^{32}P, verdünnt mit 10 ml Wasser, gibt in die zum Sieden erhitzte Lösung in mehreren Anteilen 5,6 g Molybdäntrioxyd und erhitzt weitere 3 Std unter Rückfluß zum Sieden. Die nach dem Abkühlen filtrierte Lösung schüttelt man mit Äther durch, trennt die untere Schicht ab, verdünnt sie mit 20 ml Wasser und erhitzt sie nochmals bis zum Abdestillieren des gelösten Äthers. Falls erforderlich, setzt man dann unter Anwärmen einige Tropfen Salpetersäure zur Oxydation zu, verdünnt dann mit dest. Wasser auf 98 ml und füllt mit 25%iger Salzsäure auf 100 ml auf.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **35**, 271—275 (1960). Kreiskontrollab. d. Kreisapothekerleitg., Inst. f. Radiochem. d. Techn. Hochsch. u. Inst. analyt. Chem. d. Pharmaz. Fak., Bratislava (ČSR). — [2] Pharmazie **14**, 218 (1959); vgl. diese Z. **176**, 310 (1960). K. Söllner

Glykoalkaloide. H. Sander, M. Alkemeyer und R. Hänsel[1] bestimmen die *Glykoalkaloide von Solanum dulcamara L.* durch Fällung mit Cholesterin in 95%igem Äthanol. Tetrasaccharide des *Tomatidins, Demissidins* und *Soladulcidins* (5α-Solasodanol) lassen sich so von den übrigen Glykosiden trennen. Für die Fällbarkeit ist die Struktur der Zuckerkomponente und des Aglykons verantwortlich. Das Verfahren besteht in einer Extraktion des Pflanzenmaterials mit 2%iger Essigsäure, Fällung mit konz. Ammoniak, Extraktion des getrockneten Niederschlages mit 95%igem Äthanol auf dem siedenden Wasserbad, Fällen mit einer berechneten Menge Cholesterin und Kühlen bei 3° C 48 Std lang. Der gesammelte Rückstand wird dann noch ausgewaschen. Im neu isolierten Glykosid des Soladulcidins (Soladulcidin-tetraosid) wurden gefunden: 2 Mol Glucose, 1 Mol Galaktose, 1 Mol Xylose. FP 268—270° C (zers.); spez. Drehung $[\alpha]_D$-53° (Pyridin).

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **35**, 30—35 (1960). Inst. Pharmakognosie, Freie Univ. Berlin-Dahlem. B. Rossmann

4. Analyse von biologischem Material

Eine Methode zur Bestimmung von Kupfer in Menschenserum mit Rubeanwasserstoffsäure teilen D. S. McCann, P. Burcar und A. J. Boyle[1] mit. Das Material wird feucht verascht, Störung durch Eisen mit Malonsäure als Komplexbildner ausgeschaltet und die Bestimmung ohne Extraktion durchgeführt. — *Ausführung.* In 2,5×15 cm Reagensgläser pipettiert man 2,0 ml Serum, versetzt mit 4,0 ml Veraschungsgemisch (1 Teil doppelt dest. 72%ige Perchlorsäure + 9 Teile konz. Salpetersäure) und stellt die Gläser in entsprechende Bohrungen eines Aluminiumheizblockes von 7,5×7,5×30 cm, der auf 120° C erwärmt ist. Unter Aufheizen (elektrische Heizplatte) bringt man bis zur beginnenden Trockne, was nach etwa 3 Std bei einer Endtemperatur von 260°—290° C erreicht ist. Man nimmt die Gläser aus dem Block, läßt abkühlen, spült die Wände mit 1,0 ml Malonsäurelösung (siehe unten), erwärmt sofort im siedenden Wasserbad, um alles in Lösung zu bringen, kühlt ab, setzt 3,0 ml Puffer-Farbreagenslösung (siehe unten) zu und mischt gut. Der p_H-Wert soll 4,2—4,3 betragen. Mit jedem Bestimmungsansatz läuft ein ebenso behandelter Blindwert mit. Nach 30 min mißt man die Extinktion bei 385 nm. Mit einer Standardkupferlösung (siehe unten), die wie die Probe behandelt wird, fertigt man eine Eichkurve über die Bereiche 0—8 μg an. Sie muß bei Verwendung neuer Stammlösungen erneuert werden. — *Malonsäurelösung.* Man löst 10 g der Säure in 100 ml Wasser, neutralisiert mit konz. Ammoniaklösung bis zum schwachen Ammoniakgeruch und füllt mit Wasser auf 500 ml auf. — *Puffer-Farbreagenslösung.* In 500 ml Wasser löst man 300 g Natriumacetattrihydrat, filtriert und versetzt mit 280 ml Eisessig. 200 g Gummi arabicum löst man in 20 ml Wasser und 100 mg Rubeanwasserstoffsäure (falls erforderlich unter Erwärmen) in 20 ml Äthanol. Beide Lösungen gießt man in die Pufferlösung und füllt mit Wasser zu 1 Liter auf (im Kühlschrank einige Monate haltbar). — *Standardkupferlösung.* 50 mg Elektrolytkupfer löst man in 10 ml konz. Salpetersäure, gießt in 500 ml Wasser, in dem 10 g Dinatriumhydrogenphosphat gelöst sind und füllt mit Wasser zu 1 Liter auf. Zum Gebrauch verdünnt man 4 ml dieser Stammlösung zu 100 ml mit Wasser, was 2 μg Cu/ml entspricht.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 547—548 (1960). Dpt. Chemistry, Wayne State Univ., Detroit, Mich. (USA). E. Müller, Würzburg

Die Bestimmung von freiem Magnesium in Körperflüssigkeiten mit Eriochromschwarz T beschreibt M. Walser[1]. Außerdem modifiziert er die Bestimmung von freiem Calcium, und Gesamt-Calcium und -Magnesium[2], so daß Phosphat jetzt nicht mehr stört, zumindest nicht in physiologisch vorkommenden Konzentrationen. — *Ausführung. 1. Bestimmung des Gesamtmagnesiums.* Alle verwendeten Reagentien werden an Dowex A1-Säulen entweder in der Natrium- oder der Ammonium-Form von störenden Ionen gereinigt. *a) Vorbereitung der Probe.* 1 ml Plasma, 2 ml Wasser und 1 ml Bernsteinsäurepuffer (0,1 m Natriumsuccinatlösung wird mit dem gleichen Volumen 0,2 n Salzsäure gemischt) werden in einem Zentrifugenglas 5 min auf dem siedenden Wasserbad erhitzt und zentrifugiert. Aus normalen Seren ist jetzt alles Eiweiß entfernt (Probe mit 6%iger Trichloressigsäure), bei besonders eiweißreichen muß die Wassermenge eventuell erhöht werden. Zur Bestimmung im Gesamtblut enteiweißt man 0,5 ml wie oben beschrieben und schüttelt 2 ml der eiweißfreien Lösung mit 1 ml 10%iger Thiocyanatlösung und 2 ml Isopentylalkohol. Kupfer- und Eisenionen werden so entfernt. — *b) Bestimmung der Gesamtmenge Magnesium + Calcium.* Man versetzt 1 ml der vorbereiteten Probe mit 1 ml Ammoniakpuffer p_H 10 (1 g Ammoniumchlorid + 10 ml konz. Ammoniak auf 100 ml mit Wasser verdünnt), 1 Tr. 0,1 m Natriumsulfidlösung. 1 Tr. Antischaumsuspension und 0,2 ml 0,04%iger Eriochromschwarz T-Lösung,

Man titriert mit 0,001 m ÄDTA-Lösung bis zur Blaufärbung und berechnet unter Berücksichtigung eines gleichzeitig ermittelten Reagentienblindwertes. — *c) Bestimmung von Calcium.* Man mischt 1 ml der Probe mit 1 ml einer Lösung, die 1,2 m an Natronlauge und 0,01 m an Natriumsulfid ist, sowie mit 0,2 ml 0,1%iger Cal-Red-Lösung und titriert sofort mit ÄDTA bis zur Blaufärbung. Der Calciumgehalt errechnet sich wie oben beschrieben, aus der Differenz ergibt sich der Magnesiumgehalt. — *2. Die Bestimmung von freiem Calcium oder Magnesium.* Alle Reagentien werden zur Entfernung von Metallspuren 1 min mit dem entsprechenden Volumen 0,01%iger Dithizonlösung in Chloroform und dann noch 2 mal mit reinem Chloroform geschüttelt. In den eiweißfreien Untersuchungsproben (entweder wie oben beschrieben oder durch Ultrafiltration enteiweißt[3]) wird zunächst der p_H-Wert bestimmt (p_H-Meter, Tauchelektrode). Dann schüttelt man mit Dithizon aus (siehe oben), leitet 1 min 100%iges Kohlendioxyd und 10 min ein Gemisch von 3,5% CO_2 und 96,5% O_2 ein und mischt in einer Küvette 2,5 ml dieser Lösung mit 0,5 ml Tris-Puffer (siehe unten), dessen p_H-Wert dem der Probe entspricht. Man mißt die Absorption bei 530 nm (Mg) und 475 nm (Ca) in einem Beckman DU-Spektrophotometer in 1 cm-Küvetten und mit möglichst schmaler Spaltbreite. Dann gibt man 0,2 ml Eriochromschwarz T-Lösung (siehe unten) bei der Bestimmung von Magnesium oder Murexidlösung (0,03%ig in Tris-Puffer p_H 7,3 gelöst) für die Calciumbestimmung zu und mißt die Absorption erneut. Die Absorption der Reagentienblindprobe wird abgezogen, die Werte werden aus Eichkurven entnommen. — *Tris-Pufferlösung.* Je 10 ml 1,5 m Tris(hydroxymethyl)aminomethan-Lösung in 0,16 m Natriumchlorid-Lösung mischt man mit entsprechenden Mengen 0,16 n Salzsäure und füllt mit 0,16 m Natriumchlorid-Lösung auf 100 ml auf. Die p_H-Werte sollen zwischen 7,3 und 7,8 liegen, die Unterschiede 0,1 p_H betragen. Den Puffern, die man zur Magnesiumbestimmung benutzt, setzt man 0,003 m ÄDTA zu. — *Eriochromschwarz T-Lösung.* Man löst 35 mg des Farbstoffes in einem Gemisch von 80 ml Äthanol, 10 ml Tris-Puffer p_H 7,7 und 10 ml 0,01 m ÄDTA-Lösung.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 711—717 (1960). Johns Hopkins Univ. School of Med., Baltimore, Md. (USA). — [2] Schwarzenbach, G.: „Complexometric Titrations". Verlag H. Irving, New York 1957. — [3] Toribara, T. Y., A. R. Terepka u. P. A. Dewey: J. Clin. Invest. **36**, 738 (1957). Ursula Baumann

Eine schnelle mercurimetrische Chloridbestimmung in Serum und Harn beschreibt E. Dannenberg[1]. Als Indicator wird eine Lösung von etwa 50 mg *Diphenylcarbazol* in 30 ml Äthanol verwendet, die nur etwa 2 Monate haltbar ist. Eine 0,1 n Titrierflüssigkeit kann entweder aus rotem bzw. gelbem Quecksilberoxyd (21,66 g HgO in 100 ml Wasser mit der nötigen Menge konz. Salpetersäure versetzt und nach dem Lösen auf 1 l aufgefüllt) oder aus Quecksilber (20,06 g Hg in konz. Salpetersäure gelöst, nach dem Wegkochen der Stickoxyde auf 1 l verdünnt) hergestellt werden. Soll der Verbrauch direkt den Natriumchlorid- oder den Chloridgehalt ergeben, so füllt man im ersten Fall 171 ml der 0,1 n Lösung unter Zusatz von etwas Salpetersäure auf 1 l, im zweiten Fall in gleicher Weise 285 ml auf 1 l auf. — *Arbeitsvorschrift. Serum.* Es kann natives Serum oder eiweißfreies Filtrat benutzt werden. 1 ml Serum bzw. eine entsprechende Menge Filtrat wird in einem Reagensglas von 25 mm lichter Weite mit 5 ml Wasser, 5 Tr. Indicatorlösung und 2 Tr. 50%iger Salpetersäure versetzt. Darauf wird mit Quecksilbernitratlösung auf Rosa titriert. — *Harn* wird ebenso, aber besser in kleinen Bechergläsern titriert. Beim Übertitrieren tritt eine violette Farbe auf.

[1] Ärztl. Lab. **6**, 134—136 (1960). Hosp. Mixto, Santiago del Estero (Argentinien). R. Ellmer

Namen- und Sachverzeichnis des 179. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abbott, D. C., K. Field und E. I. Johnson, Zusammenhang zwischen der Anticholinesterasewirkung und dem Solaningehalt in Kartoffeln 141

Abdalla, A., siehe Barakat, M. Z.

Abou-Elnaga, M. A., siehe Elbeih, I. I. M.

Abrão, A., siehe Lima, F. W.

Abresch, K., W. Dobner und H. Lemm, Bestimmung von Wasserstoff im Stahl 219

Achmeteli, H. I., Bestimmung von Hexachlorophen neben Methylsalicylat in Zahnpasten 459

Adamanis, F., und Z. Bederska-Płotkowiakowa, Bestimmung von Thiocol-Isomeren 303

Adams, F. W., siehe Armstrong, R. G.

Adams, R., D. L. Harrison und J. L. Hall, Bestimmung von Kollagen in Rindfleisch 143

Adjarian, R., Bestimmung des Tranquilizers „Diquel" in tierischen Geweben 77

Afremov, L. C., siehe Juvet jr., R. S.

Agarwal, S. K. D., siehe Saraswat, H. C.

Ahrens, L. H., siehe Brooks, R. R.

Akaza, I., siehe Kiba, T.

Aladžalova, N. A., siehe Trusov, G. N.

Alfonsi, B., Bestimmung von Kupfer in Bleilegierungen 436

Alford, J. A., siehe Hornstein, I.

Alkemade, C. T. J., siehe Avni, R.

Alkemeyer, M., siehe Sander, H.

Allam, M. G., siehe Khalifa, H.

Allbritten, F. F., siehe Dressler, D. P.

Allsopp, W. E., und V. R. Damerell, Bestimmung von Zinn in Stahl 438

Altshuller, A. P., und I. R. Cohen, Bestimmung von primären Nitroparaffinen mit salpetriger Säure 293

Alway, C. D., siehe Olson, E. C.

Amano, H., Aktivierungsanalytische Bestimmung von Cu, Ga und Sb in Reinsilicium 212. — Spektralphotometrische Bestimmung von Spuren Wolfram, Molybdän und Vanadium in Metallen 213

Analytical Methods Committee, Linalool-Bestimmung in Ölen 290

Anand, V. D., Gewichtsanalytische Bestimmung von Kobalt als Wolframat 383. — Siehe auch Deshmukh, G. S.

Anbar, M., M. Halmann und B. Silver, Bestimmung des Sauerstoff-18-Gehaltes in Phosphationen 51

Anderson, H. H., Bestimmung von Wasserstoff in Silanen 237

Anderson, R. E., siehe Paulsen, T. M.

Angelotti, N. S., siehe Horner, H. J.

Anger, V., siehe Feigl, F.

Anton, A., Bestimmung von Aluminium mit Brenzcatechinviolett 43

Antoszewski, R., und J. S. Knypl, Bestimmung kleiner Phosphatmengen 373

Aoki, M., siehe Dono, T.

Apple, R. F., und J. C. White, Thoriumbestimmung in fluoridhaltigen Salzgemischen 454

van Arkel, C. G., Gehaltsbestimmung von Kobalt(II)-chlorid 457

Armeanu, V., und P. Costinescu, Colorimetrische Mikrobestimmung von Calcium durch Fällung mit 8-Hydroxychinolin und Kupplung mit Azofarbstoffen 361

Armstrong, R. G., K. W. Gardiner und F. W. Adams, Bestimmung geringer Mengen Wasser in Papier 286

Arribas-Jimeno, S., und B. Losa-Martin, Volumetrische Bestimmung von Eisen(II)-cyaniden neben anderen Cyaniden und Rhodaniden 381

Arsenault, G. P., siehe Wolfrom, M. L.

Artaud, J., und C. Berthelot, Bestimmung von Sauerstoff in Zirkonium und -legierungen 208

Ashley, R. P., Verwendung des Zirkonyl-Alizarin-Chelatkomplexes zur Bestimmung von Fluoridspuren 55

Athavale, V. T., R. G. Dhaneswar und M. M. Mehta, Bestimmung von Chrom, Nickel und Zinn in Zirkonium und seinen Legierungen 438

Atkins, D. H. F., und A. A. Smales, Bestimmung von Tantal und Wolfram in Gesteinen und Meteoriten 445, 447
Avni, R., und C. T. J. Alkemade, Einfluß von Aceton, Methanol und n-Propanol auf die Flammentemperatur und die Natriumanregung in einer Acetylen-Luftflamme 277
Awaya, H., Photometrische Bestimmung kleiner Quecksilbermengen mit Dithizon 364

Bach, B. B., siehe Silverstone, N. M.
Bączyk, S., Nachweis von L-Ascorbinsäure 317
Bäcker, L., siehe Torterat, P.
Baiulescu, Gh., siehe Popa, G.
Baker, H., O. Frank, I. Pasher, A. Dinnerstein und H. Sobotka, Nachweis für Pantothensäure in biologischen Flüssigkeiten 79
Balázs, L., siehe Pungor, E.
Balks, R., und I. Reekers, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Hüttenkalk 225. — Bestimmung von Nitrat in Pflanzensubstanzen mit 1,2,4-Xylenol 148
Ball, C. O., siehe Dean, R. W.
Ball, R. G., D. L. Manning und O. Menis, Chloridbestimmung in Uranylsulfatlösungen 451
Ballczo, H., und M. Hodos, Sulfatnachweis in einem einzigen Tropfen 54
Ballif, G., siehe Pertascu, S.
Banerjee, N. R., siehe Singh, R. P.
Banerji, S. K., und A. K. Dey, Sodium Alizarin-3-Sulphonate as a Chromotropic Reagent. Part I. Composition and Stability of the Tungsten(VI)-Chelate 30 [Or]
Bányai, E., siehe Erdey, L.
Bapat, M. G., siehe Deshmukh, G. S.
Barakat, M. Z., und A. Abdalla, Titrimetrische Bestimmung von Arsenit bzw. Arsentrioxid mit eingestellter N-Bromsuccinimidlösung neben Arsenat 51
Barbier, M., Trennung natürlich vorkommender p-Benzochinone 307
Barcza, L., und E. Schulek, Nachweis geringer Mengen Selenat neben Selenit 54
Bard, A. J., Coulometrische Titration von Platin(IV) 385
Barker, H. G., siehe Merchant, A. C.
Barker, J. E., C. M. Payne und J. Maulding, Bestimmung der Sulfonylchloridgruppe 127
Barnard, J. A., und H. W. D. Hughes, Analyse von Leichtkohlenwasserstoffen 391
Barney II, J. E., siehe Hensley, A. L.
Bašmakova, V. S., siehe Zaikovskij, F. V.
Bass, E. A., siehe Steyermark, A.
Bassette, R., siehe Day, E. A.
Batchelder, G. H., und G. G. Patchett, Bestimmung von Äthyl-N,N-di-n-propylthiocarbaminat in Früchten und Boden 158
Baudin, G., und M. Vo-Dinh, Einfluß dritter Partner bei der spektrochemischen Lösungsanalyse im System Eisen, Nickel, Chrom und Titan 382
Bauer, H. H., Wechselstrompolarographische Analyse durch Messungen mit harmonischen Schwingungen 283
Bavin, P. M. G., Verwendung von Fluoren-9-carbonsäuremethylester zur Charakterisierung von Alkylhalogeniden 288
Beamer, W. H., siehe Gray, P. R.
Beamish, F. E., siehe Zachariasen, H.
Beck, J. E., Bestimmung von Kohlendioxid im Wein 309
Becker, E., und L. Krull, Analyse von Monoglyceriden und Glycerin 134
Becker, H., siehe Guttmann, W.
Beckman, H., und J. F. Fudge, Bestimmung von elementarem Schwefel in Pesticiden 157
Bederska-Płotkowiakowa, Z., siehe Adamanis, F.
Behel, A. D., und J. Pendley, Komplexometrische Bestimmung von Calcium im Reduktionsbad zur elektrolytischen Aluminiumgewinnung 449
Bekh, J., Bestimmung von Chlorid und Jodid nebeneinander 378
Belcher, R., D. I. Rees und W. I. Stephen, Fluorescenzindicatoren für die chelatometrische Titration mit ÄDTA 200
Belikov, V. G., Nachweis von Thiosemicarbazid 130. — Nachweis von Schwefel in Thioäther- und Thioketongruppen 456
Bellamy, L. J., und P. E. Rogasch, Zuordnung der Carbonylabsorptionen in Pyridonen 308
Belling, G. B., und R. E. Underdown, Papierelektrophoretische Trennung anorganischer Anionen 281
Berkenblit, M., und A. Reisman, Bestimmung von metallischem Lithium neben Lithiumionen in Mineralöldispersionen 390

Bermejo-Martínez, F., M. Paz Castro und R. Rey-Mendoza, Bestimmung von Eisen und Aluminium sowie Kupfer und Zink 382
Bernhard, R. A., Analyse von Citronenöl 458. — Siehe auch Clark, J. R.
Le Berre, A., und J. Léger, Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 65
Berthelot, C., siehe Artaud, J.
Bezuglyj, V. D., V. N. Dmitrieva, T. S. Tarasjuk, V. P. Poljakov und N. A. Izmailov, Polarographische Bestimmung der Glyoxylsäure in Lösungen ihrer industriellen Herstellung 160
Bhatnagar, R. P., und R. P. Shukla, Trennung von Silber in Erzen oder Legierungen von Kobalt oder Nickel 224
Bisaz, S., Bestimmung von Vitamin A 77
Black, R. H., siehe Lemieux, P. E.
Blaedel, W. J., und E. D. Olsen, Kontinuierliche Messung der Radioaktivität geringer Flüssigkeitsströme 124
Blake, G. G., Befeuchtungskammer in der Papierchromatographie 121
Blanc, D., J. Fontan und G. Vedrenne, Kontinuierliche Messung von Radon in der Luft 430
Blasius, E., und D. Rexin, Trennung der Platinelemente unter Anwendung von Ionenaustauschern 105 [Or]
Błaskowicz, J., K. Roczniokova, S. Wańtuch und M. Bukała, Schnellbestimmung von Camphen (Berichtigung) 320
Blümel, G., Potentiometrische Titration von Magnesium mit Natronlauge 360
Blumer, M., Nachweis der Adsorption und Desorption von organischen Verbindungen an Chromatographiesäulen aus Silicagel 119
Bobtelsky, M., und M. M. Cohen, Reaktionen zwischen Phenanthrolin einerseits und Gold-, Platin- bzw. Palladiumchloridlösungen 38. — Bestimmung von Platin, Palladium und Gold mit Papaverin in Anwesenheit von Chlorid, Bromid, Jodid, Rhodanid und von Papaverin selbst 60
Böhm, Z., Analogintegrator zu einem Gaschromatographen 119
Bogdańska, W., Bestimmung von aromatischen Kohlenwasserstoffen in Benzin 152
Bolton, W., Bestimmung von verdaulichen Kohlenhydraten in Geflügelfutter 156
Boltz, D. F., und M. G. Mellon, Bestimmung von Orthophosphat 374
Boni, A. L., Analyse von Radionuklidgemischen 451
Bontemps, R., Colorimetrische Bestimmung von Theophyllin und Coffein 460
Bonvicino, G. E., und D. J. Hennessy, Bestimmung der reversibel oxydierbaren Formen von Thiamin in tierischem Gewebe 400
Booth, E., und E. A. Terry, Polarographische Bestimmung von Uran im Kathodenstrahlpolarographen 369
Borecký, J., und J. Gasparič, Papierchromatographische Identifizierung und Trennung mehrwertiger Alkohole, ihrer Äther und Chlorhydrine 290
Boroda, T. A., siehe Gorbenko, F. P.
Bose, S., siehe Verma, R. M.
Boudène, C., siehe Truhaut, R.
Boulin, R., J. Coulombeau und E. Jaudon, Bestimmung des Stickstoffs in Stählen 442
Bousquet, W. F., und J. E. Christian, Untersuchung kleiner Mengen von schwach aktiven Stoffwechselprodukten 238
Bowers, R. C., und H. D. Russell, Polarographisches Verhalten von Arylsulfonen und Arylsulfoxiden 300
Boyle, A. J., siehe McCann, D. S.
Bože vol'nov, E. A., siehe Lukin, A. M.
Bradbury, J. H., Bestimmung von Amidstickstoff in Proteinen 398
Bradford, G. R., siehe Pratt, P. F.
Brandt, W. W., siehe Meloan, C. E.
Breyer, A., und W. Rieman III, Aussalzchromatographie organischer Stoffe an Austauschern 280
Bridge, E. P., siehe Oldfield, J. H.
Broadbank, R. W. C., S. Dhabanandana und R. D. Harding, Verwendung von Ammonium-12-molybdophosphat zur Konzentrierung einiger Spaltprodukte in Wasser 203
Brooks, R. R., und L. H. Ahrens, Nachweis der Edelmetalle und von Rhenium in Silicatgesteinen 447
Brotánková-Zvolská, K., Bestimmung von V_2O_2 und V_4O_5 nebeneinander in Kontaktkatalysatoren auf Kieselgurgrundlage 230
de Bruin, H. J., Bestimmung von Sauerstoff in Natriummetall 207
Bruni, G., siehe Runti, C.

Brunner, J. R., siehe Lamb, R. C.
Budevski, O. B., und N. Krasnobaeva, Trennung von Strontium und Calcium durch Ionenaustausch in Gegenwart von ÄDTA 41
Budzyński, A. Z., und Z. J. Zubrzycki, Abtrennung von Erucasäure und höheren Säuren 131
Bugorkova-Zeleneckaja, A. A., E. N. Novikova und L. N. Petrova, Bestimmung primärer organischer Chloride 132
Bukała, M., siehe Błaszkowicz, J.
Burcar, P., siehe McCann, D. S.
Burger, K., und E. Schulek, Bestimmung des effektiven Säurechloridgehaltes in Carbonsäurechloriden 132. — Siehe auch Přibil, R.
Burke, W. J., A. D. Potter und R. M. Parkhurst, Anwendung neutraler Silbernitratlösung als Sprühreagens für die papierchromatographische Analyse phenolischer Verbindungen 301
Burriel-Martí, F., und M. T. Gárate, Bestimmung von Bleisulfat aus homogener Lösung 214
Byers, T. E., siehe Johnson, L. Y.
Bykova, L. N., siehe Krešков, A. P.

Caldwell, V. E., siehe Sympson, R. F.
Callahan, C. M., S. C. Foti, und J. R. Lai, Bestimmung von Molybdän in chloridhaltigen Medien mit der Molybdänblaureaktion 54
Campbell, A. W., siehe Kanning, E. W.
Campbell, J. E., siehe Murthy, G. K.
Capella, P., siehe de Zotti, G.
Carlsson, M. E., siehe Kirsten, W. J.
Carruthers, A., J. F. T. Oldfield und H.-J. Teague, Entfernung der bei der Betainbestimmung in Zuckerrübensaft und Pflanzenmaterial störenden Ionen 312
Carson, C. C., Bestimmung von Wasserstoff im Stahl 440
Carson, G. B., und C. S. Smith, Methoden zur Isolierung von Barbituraten aus biologischem Material für forensische Zwecke 319
Carson, J. F., W. J. Weston und J. W. Ralls, Nachweis von flüchtigen Mercaptangemischen 127
Cartlidge, J., und C. F. H. Tipper, Nachweis und Trennung von Peroxiden 293
Castelli, A., siehe Pristera, F.
Caswell, R. L., Chloridbestimmung in quaternären Ammoniumsalzen 388
Cerato, C. C., siehe Fabrizio, F. A.
Černichov, Ju. A., B. M. Dobkina und E. I. Petrova, Bestimmung von Zirkonium in Titan und Titanlegierungen mit Brenzcatechinviolett 215. — Siehe auch Maljutina, T. M.
Champeix, L., G. Coblence und R. Darras, Bestimmung von Wasserstoff in Uran und Zirkonium 434
Chan, F. L., und R. W. Moshier, Bestimmung von Molybdän in wolframfreiem Stahl 221
Charalampous, F. C., siehe Kean, E. L.
Chaudron, G., Bestimmung von 40 Elementen in durch Zonenschmelze gereinigtem Aluminium 211
Chayen, R., und E. M. Linday, Papierchromatographische Trennung langkettiger Fettsäuren 294
Chesnutt, J. T., siehe Gibson jr., M. E.
Chialda, I., siehe Vasiliev, R.
Childs, W. A., siehe Strickland, R. D.
Chojnacki, K., siehe Geyer, R.
Cholak, J., und D. M. Hubbard, Bestimmung von Beryllium in Laboratoriumsluft 201
Choudhury, R. B. R., Bestimmung der Jodzahl von Fetten und Ölen 137
Christian, J. E., siehe Bousquet, W. F.
Clapp, L. B., und C. Hansch, Nachweis von Aminosäuren aus Proteinhydrolysaten 73
Clarey, D. H., siehe Gray, P. R.
Clark, J. R., und R. A. Bernhard, Analyse von Citronenöl 458
Clark, R. O., siehe Hoel, D. C.
Clark, R. T., Bestimmung von Zinn und Blei in Zirkonium und legiertem Zirkonium 438
Clingman jr., W. H., und H. H. Hammen, Bestimmung von Oxydationsprodukten von Kohlenwasserstoffen 152
Coakley, J. E., siehe Murthy, G. K.
Coblence, G., siehe Champeix, L.
Cocozza, E. P., Bestimmung von Gallium und Indium in glycerinhaltigen galvanischen Bädern 237
Cohen, I. R., siehe Altshuller, A. P.
Cohen, M. M., siehe Bobtelsky, M.
Coleman, H. J., siehe Thompson, C. J.
Coleman, R. F., Bestimmung der Isotopenverteilung in Lithium 37
Conway, W. D., und E. J. Lethco, Bestimmung von 2-Naphthylamin in Yellow AB und Yellow OB 458
Cook, G. B., C. E. Mellish und J. A. Payne, Messung dünner Chrom-, Zinn- und Kupfer-Oberflächenschichten auf anderen Metallen 217

Costinescu, P., siehe Armeanu, V.
Coulombeau, J., siehe Boulin, R.
Crawley, R. H. A., Spektralphotometrische Berylliumbestimmung in Luft und Staub 202
Cripps, F. H., siehe McCormack, J. J.
Critchfield, F. E., und J. A. Hutchinson, Colorimetrische Bestimmung von sekundären Alkoholen durch Überführung in Ketone 289. — Siehe auch Johnson, D. P.
Crowe, P. F., siehe Hornstein, I.
Čulkov, Ja. I., Bestimmung von Titan in n-Butyltitanat 453
Cullen, T. J., Röntgenspektrometrische Fluorescenzanalyse von Kupfer in Schlacken und Erzen 232
Czerski, L., und L. Czuchajowski, Bestimmung von Carboxyl- und Hydroxyl-Gruppen in Huminsäuren 149
Czuchajowski, L., siehe Czerski, L.

Dalgliesh, C. E., Nachweis von Kynurenin und Xanthurensäure 80
Damerell, V. R., siehe Allsopp, W. E.
Daniels, N. W. R., und J. W. Richmond, Gaschromatographische Bestimmung von Fettsäuren im biologischen Material aus Methylestern 397
Dannenberg, E., Mercurimetrische Chloridbestimmung in Serum und Harn 464
Dannenberg, H., J. W. Forbes und A. C. Jones, Bestimmung organischer Lacke und Überzüge 155
Danuschenkova, M. A., siehe Kabanova, O. L.
Danzuka, T., siehe Hayashi, K.
Darras, R., siehe Champeix, L.
Dass, R., siehe Verma, M. R.
Dave, J. S., und A. M. Talati, Verwendung von α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid als Fällungsmittel für Kupfer und Nickel 38. — Bestimmung von Palladium mit α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid 60
Davídek, J., Polarographische Bestimmung von Vanillin 165 [Or]
Davídek, J., und E. Davídková, Einfluß von Flavonoiden auf die photometrische Bestimmung von Ascorbinsäure mit 4-Methoxy-2-nitranilin 145
Davídková, E., siehe Davídek, J.
Davis jr., D. G., Platinoxidfilme und Reaktionskinetik an Platinelektroden 283
Davis, D. G., und J. Ganchoff, Chronopotentiometrische Bestimmung von Mangan in Stahl 443
Davis, W. F., siehe Hibbits, J. O.
Davydov, A. A., siehe Kozlov, V. V.
Day, E. A., R. Bassette und M. Keeney, Identifizierung flüchtiger Carbonylverbindungen aus Cheddarkäse 143
De, A. K., siehe Khopkar, S. M.
Dean, R. W., und C. O. Ball, Analyse von Myoglobinfraktionen an der Schnittoberfläche von Rindfleisch 316
Decoteau, A. E., siehe Eshelman, L. R.
Degrazio, R. P., siehe Miner, F. J.
Delhez, R., UV-Absorptionsspektrum von in einer Polyäthylenflasche aufbewahrtem destilliertem Wasser 37
Dell, J. C., siehe Steyermark, A.
Dema, I., I. Găinar und T. Năcutiu, Mikrobestimmung von Beryllium und Wismut mit radioaktiv markierter Kobalthexamminlösung 39
Demoen, P., siehe Soep, H.
Desai, A. G., siehe Ghag, A. S.
Desbarres, J., siehe Guérin, G.
Deshmukh, G. S., V. D. Anand und A. K. Vishwanath, Konduktometrische Bestimmung von Kobalt als Wolframat oder Selenit 384
Deshmukh, G. S., M. G. Bapat und A. L. J. Rao, Diphenyl Carbazone as an Internal Indicator in Volumetric Analysis. Determination of Calcium 18 [Or]
Deshmukh, G. S., und S. V. Tatwawadi, Colorimetrische Bestimmung von Vanadium 376
Deuel, H., siehe Mehta, N. C.
Deutsche Kommission zur Vereinheitlichung der Untersuchungsmethoden für Milch, Milchprodukte und Molkereihilfsstoffe, Bestimmung der fettfreien Trockenmasse von Butter 313. — Bestimmung der Trockenmasse in getrockneten Milchprodukten 315
Dey, A. K., siehe Banerji, S. K., sowie Singh, E. J.
Dhabanandana, S., siehe Broadbank, R. W. C.
Dhaneswar, R. G., siehe Athavale, V. T.
Dhont, J. H., Polarographische Bestimmung von Nitrit in Pökellaugen 316
van Dijk, L. A., Infrarotanalyse für die Steroidchemie 277
Dilov, C., und D. Georgiev, Trennung von Monosen, Aminosäuren und aliphatischen Dicarbonsäuren 297

Dimotaki-Kourakou, V., Chromatographisch-titrimetrische Bestimmung von Ammoniakstickstoff in Wein 310
Dinnerstein, A., siehe Baker, H.
Dmitrieva, V. N., siehe Bezuglyj, V. D.
Dobkina, B. M., siehe Černichov, Ju. A., sowie Maljutina, T. M.
Dobner, W., siehe Abresch, K.
Dobos, S., siehe Lengyel, B.
Dörr, F., und M. Held, Ultraviolettspektroskopie mit polarisiertem Licht 117
Doevelaar, F., siehe Hadorn, H.
Dohan, F. C., siehe Knowlton, M.
Doležal, J., und K. Janáček, Oscillopolarographischer Nachweis von Arsen, Antimon und Zinn in Gemischen 375
Dono, T., G. Nakagawa, T. Nomura und M. Aoki, Bestimmung von Phosphat in Düngemitteln und Phosphorbronze 455
Dose, K., Kühlung bei der Trägerelektrophorese mit höheren Spannungen 281
Dressler, D. P., G. J. Mastio und F. F. Allbritten, Bestimmung von Sauerstoff und Kohlendioxid in Atemluft 202
Drozdov, V. A., siehe Krešков, A. P.
La Du, B. N., und P. J. Michael, Bestimmung von Phenylalanin im Blut 74
Duderova, E. P., siehe Grigoriev, V. F.
Dugan jr., L., siehe Tarladgis, B. G.
Dunbar, R. E., und F. J. Ferrin, Nachweis und Identifizierung von Aminen 291
Duncan, W. G., und A. J. Ohlrogge, Bestimmung von Phosphor-32 148
Dunlab, W. J., und S. H. Wender, Identifizierung von Flavon-Aglykonen 305
Dunn, M. S., und E. A. Murphy, Papierchromatographische Reinheitsprüfung von Arginin 398
Dupée, L. F., K. Gardner und P. Newton, Bestimmung von O,O-Dimethyl-S-(N-methylcarbamoyl)-phosphorthiothionat in technischem Rogor und seinen Zubereitungen 393
Durand, R., und F. Nouyrigat, Bestimmung von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff in Metallen 207
Duval, C., Stand der IR-Spektroskopie zur Unterscheidung primärer, sekundärer und tertiärer Amine sowie ihrer Assoziate 292
Duval, C., und J. Lecomte, Untersuchung der Struktur des Dijodpentoxids 378
Duyckaerts, G., siehe Fouarge, J.
Dzubay, M., Flammenphotometrische Bestimmung kleiner Bariummengen 41

Eeckhaut, Z., siehe Leliaert, G.
Eggers, J. H., Darstellung und Eigenschaften von Umbellikomplexon und Xanthokomplexon 199
Eguchi, T., siehe Yasumori, Y.
Eisenbrand, J., Beiträge zur Fluorimetrie. V. Chininsulfat als Fluorescenzstandard. Messungen seiner Fluorescenzintensität in wäßrigen Lösungen und Eisessiglösungen mit Schwefelsäure- und Perchlorsäurezusätzen. Einflüsse von Puffergemischen 170 [Or]
Eisenbrand, J., und M. Raisch, Beiträge zur Fluorimetrie. VI. Die Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat in wäßrigen Lösungen durch Chlorionen in ihrer Abhängigkeit von der Säurekonzentration 352 [Or]. — Beiträge zur Fluorimetrie. VII. Die Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat in wäßrigen Lösungen durch Halogenionen in ihrer Abhängigkeit von der Salzkonzentration 406 [Or]
Elbeih, I. I. M., und M. A. Abou-Elnaga, Qualitative Analyse von Anionen 197
Elbert, W., siehe Sawicki, E.
Elliott, L. E., siehe Hornstein, I.
Erdey, L., É. Bányai und É. B.-Gere, Derivate des Variaminblaus als Redoxindicator 199
Erdey, L., J. Inczédy und I. Markovits, Redoxreaktionen unter Benutzung von Ionenaustauschern 125
Ermanis, L., siehe Maziekien, I.
Eshelman, L. R., E. Y. Manzo, S. J. Marcus, A. E. Decoteau und E. G. Hammond, Bestimmung der gesättigten Triglyceride in Fetten 312
Esposito, G. G., und M. H. Swann, Bestimmung von Hexachlor-endomethylen-tetrahydrophthalsäure in schwerbrennbaren Anstrichmitteln 395
Evans, H. B., A. M. Hrobar und J. H. Patterson, Bestimmung von Zirkonium in Uran-Fissiumlegierungen 434. — Siehe auch Karttunen, J. O.
Evered, D. F., Papierelektrophorese saurer und basischer Aminosäuren bei niederer Spannung 398

Fabrizio, F. A., R. W. King, C. C. Cerato und J. W. Loveland, Bestimmung geringer Mengen Kohlenwasserstoffe in hochreinem Toluol und Benzol 153
Fanale, D. T., siehe Hoel, D. C.
Fassel, V. A., siehe Horrigan, V. M., sowie Kniseley, R. N.
Fauth, M. I., Differential-Thermoanalyse und Thermogravimetrie einiger Salze des Guanidins und verwandter Verbindungen 133
Fegeler, F., und E. Quinkert, Bestimmung von Vitamin A im Serum 77
Feigl, F., und V. Anger, Nachweis von Phenylschwefelsäure und Phenolsulfonsäure 304
Feigl, F., und D. Goldstein, Nachweis von Diphenylamin und seinen Derivaten 304
Feigl, F., D. Goldstein und D. Haguenauer-Castro, Pyrolytische Reaktionen niedrig siedender Lösungsmittel 198
Feldman, C., Technik in der Spektralanalyse 201
Ferrin, F. J., siehe Dunbar, R. E.
Field, K., siehe Abbott, D. C.
Fischer, J., und R. Kropf, Die Anwendung von Strontium als innerer Standard und Normalisator zur flammenspektrometrischen Bestimmung von Calcium in Gegenwart von verschiedenen Störpartnern 1 [Or]
Fišel, S., Elektrochromatographische Untersuchung von komplexen Lauraten von Kobalt, Nickel und Kupfer 58
Fiske, C. H., und Y. Subbarow, Bestimmung von Mono-(Ortho-)-Phosphat und Gesamtphosphat 374
Fiškova, N. L., und L. N. Komlev, Spektralanalytische Bestimmung der Chloride des Kaliums, Calciums und Natriums in Flußmittelsalzen 236
Flaschka, H., Bestimmung von Chlorid und Jodid nebeneinander 378
Flaschka, H., und F. Huditz, Bestimmung von Chlorid und Jodid nebeneinander 378
Flek, J., siehe Šedivec, V.
Floret, A., siehe Martin, F.
Foley, F. R., und L. H. Johnson, Bestimmung von Sulfonat- und anderem Schwefel in Sulfitablaugen 153
Fontan, J., siehe Blanc, D.
Forbes, J. W., siehe Dannenberg, H.
Forrest, F. M., siehe Forrest, I. S.
Forrest, I. S., und Forrest, F. M., Farbnachweis für Phenothiazinderivate im menschlichen Urin 77
Forrey jr., C. R., siehe Miner, F. J.
Foti, S. C., siehe Callahan, C. M.
Fouarge, J., und G. Duyckaerts, Chromatographie anorganischer Ionen auf Cellulose 122
Frank, H., siehe Geyer, R.
Frank, O., siehe Baker, H.
Fredericks, W., siehe Pristera, F.
Frieser, R. G., und P. A. Scardaville, Test zur Identifizierung und Unterscheidung von o-, m- und p-Phenylendiamin 304
Fritz, J. S., und S. K. Karraker, Trennung von Kationen an einem Kationenaustauscher 281. — Siehe auch Schenk, G. H.
Fromm, D., und A. v. Oër, Spektrochemischer Nachweis von Beryllium und Quecksilberdampf in der Luft 201
Frumina, N. S., siehe Mustafin, I. S.
Fudge, J. F., siehe Beckman, H.
Fujimori, E., siehe Maekawa, S.
Fujita, A., Capillares Verhalten wäßriger Salzlösungen zur Identifizierung von Kationen 198
Fujita, M., und M. Nagasawa, Bestimmung ätherischer Öle von Fenchel, süßem Fenchel, Anis und Sternanis 457
Fukushima, S., Flammenphotometrische Bestimmung von Alkalimetallen 276

Gădeva, V., siehe Popoff, A.
Gaeke jr., G. C., siehe West, P. W.
Găinar, I., siehe Dema, I.
Ganchoff, J., siehe Davis, D. G.
Gárate, M. T., siehe Burriel-Martí, F.
Gardiner, K. W., siehe Armstrong, R. G.
Gardner, K., siehe Dupée, L. F.
Garrin, S., siehe Jensen, R.
Garzón-Ruipérez, L., siehe Pássera, P.
Gasparič, J., siehe Borecký, J.
Geiger, E. L., Analyse von Radionuklidgemischen 451
Geilmann, W., und G. Tölg, Mikroanalyse von Silicaten 447
Gelman, N. E., M. O. Koršun und K. I. Novožilova, Mikroanalyse fluorhaltiger organischer Verbindungen 388
Gentsch, H., Bestimmung der Restgase aus Metallfilmen 206
Georgiev, D., siehe Dilov, C.
Gere, É. B., siehe Erdey, L.
Gergely, A., siehe Szarvas, P.

Gernet, E. V., und A. A. Russkich, Bestimmung von Anilindampf in Luft 203
Gettkandt, G., Bestimmung von Calcium in Viehfutter 156
Geyer, R., und K. Chojnacki, Dimethylgelb als Adsorptionsindicator zur indirekten Kaliumbestimmung mit Tetraphenyloborat 409 [Or]
Geyer, R., und H. Frank, Eine Glaselektrode zur Indizierung der direkten Kaliumtitration mit Calciumtetraphenyloborat 99 [Or]
Ghag, A. S., A. G. Desai, K. V. Modak und M. B. Kabadi, Polarographische Kupferbestimmung in Porzellanerden 153
Gibson jr., M. E., D. A. Hoes, J. T. Chesnutt und R. H. Heidner, Bestimmung des löslichen Eisens in mit Titandioxid nichtglänzend gemachten Acrylfasern 154
Giddings, J. C., G. H. Stewart und A. L. Ruoff, Theorie zur Beschreibung des Laufmittel- und Substanztransportes auf Papierchromatogrammen 279. — Siehe auch Ruoff, A. L.
Gidley, J. A. F., und J. T. Jones, Bestimmung von Zink in Cu-, Al- und Zr-Legierungen 433
Giefer, L., siehe Nielsch, W.
Gilbert, A. B., Mikrobestimmung von Calcium neben Magnesium 40
Glasmacher, H., Flammenphotometrische Calciumbestimmung in heparinisiertem Blutplasma oder in phosphathaltigen Eiweißlösungen 239
Gnauer, H., siehe Woidich, H.
Görlich, P., Die richtige Fehlerberechnung und die Vertrauensgrenzen indirekter Analysen 266 [Or]
Goetzinger, J. W., siehe Horrigan, V. M.
Goldberger, R., siehe Merchant, A. C.
Goldin, A. S., siehe Murthy, G. K.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Goldstein, J., Indirekte maßanalytische Bestimmung von Cadmium 362
Gorbenko, F. P., und T. A. Boroda, Argentometrische Mikrobestimmung von Chlorid im Magensaft 396
Gordon, L., siehe Milner, O. I., sowie Salesin, E. D.
Gordon, R. S., Photofluorimetrische Bestimmung von Äthoxychin in Nahrungs- und Futtermitteln 318
Gorjaev, M. I., R. N. Sazonova, S. A. Moškevič und I. M. Šabanov, Bestimmung von Ephedrin und Pseudoephedrin in Ephedra 460
Gorodeckij, L. Ja., und V. M. Olevskij, Analyse des ternären Systems Cyclohexanon-Cyclohexanol-Wasser 198
Gotô, H., und E. Sudo, Bestimmung von Eisen in metallischen Proben, Kalkstein, Schlacke und Dolomit 225
Gottfried, J., siehe Martínek, K.
Gray, P. R., D. H. Clarey, und W. H. Beamer Bestimmung von H-, C-, N-, O- und F-Gehalten in organischen Verbindungen 61
Gregorowicz, Z., Bestimmung von Germanium in Rohstoffen, Zwischen- und Endprodukten der Zinkerzaufarbeitung 235
Grigoriev, V. F., V. F. Lukjanov und E. P. Duderova, Luminescenzanalyse zur Bestimmung von Uran 369
Grimes, M. D., siehe Nelson, H. K.
Grochmalicka, H., siehe Smoczkiewiczowa, A.
Grossowicz, N., siehe Yashphe, J.
Grote, I. W., Bestimmung von Nabam 393
Grou, E., siehe Pertascu, S.
Guérin, G., J. Desbarres und B. Trémillon, Potentiometrische und amperometrische Titrationen mit ÄDTA an Hg- und Cu-Indicatorelektroden 282
Gupta, H. K. L., und N. C. Sogani, Spektralphotometrische Bestimmung von Eisen 380
Sen Gupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Gupta, P. K., siehe Verma, M. R.
Sen Gupta, P. N., siehe Roy, B. R.
Gupta, R. C., Erkennung unbekannter Aminoverbindungen bei toxikologischen Arbeiten 320
Gusev, S. I., V. I. Kumov und E. V. Sokolova, Bestimmung von Vanadium im Halbmikromaßstab 376
Gutenmann, W. H., und D. J. Lisk, Hexanextraktionsmethode von EPTC in Kartoffeln 159
Guttmann, W., und H. Becker, Lösungsspektralanalyse im kondensierten Funken 117
Guttmann, W., H. Becker und G. Müller-Uri, Lösungsspektralanalyse mit zwei rotierenden Elektroden 117
Gwilliam, L., siehe Hughes, H.
Gyenes, I., Untersuchung von 1-Piperidino-2-methyl-3-p-tolylpropanon 66

Hachenberg, H., siehe Schwenk, U.
Hadorn, H., und F. Doevelaar, Stärkebestimmung auf titrimetrischem, colorimetrischem und polarimetrischem Wege 314. — Siehe auch Suter, H.
Häkkinen, I. P. T., Bestimmung von Sulfat in Gewebshomogenisaten 72
Häkkinen, I. P. T., und L. M. Häkkinen, Bestimmung von Sulfat im Blutserum und Urin 72
Häkkinen, L. M., siehe Häkkinen, I. P. T.
Hänsel, R., siehe Sander, H.
Haerdi, W., siehe Monnier, D.
Haguenauer-Castro, D., siehe Feigl, F.
Halik, M., siehe Pristera, F.
Hall, J. L., siehe Adams, R.
Haller, A., siehe Šimková, A.
Hallgren, B., und S. O. Larsson, Abtrennung und Identifizierung der Alkoxyglyceride in Fischleberölen 312
Halmann, M., siehe Anbar, M.
Halpern, Y. S., siehe Yashphe, J.
Hamaguchi, H., R. Kuroda und R. Negishi, Bestimmung von geringen Mengen verschiedener Stoffe in Silicaten 224
Hamann, V., und A. Hermann, Bestimmung von Aldehyden und Ketonen in Lebensmitteln 142
Hames, G. E., siehe Lockyer, R.
Hammell, L., siehe Lodding, W.
Hammen, H. H., siehe Clingman jr., W. H., sowie Sechrist, C. N.
Hammond, E. G., siehe Eshelman, L. R.
Hammond, P. B., H. N. Wright und M. H. Roepke, Bestimmung von Blei in Rinderblut und -leber 70
Hanna, Z. G., siehe Rossmanith, K.
Hans, A., Bestimmung von Kupfer, Zink und Kobalt in Kupfer-Zink und Kupfer-Kobalterzen 444
Hansch, C., siehe Clapp, L. B.
Hara, T., und E. B. Sandell, Bestimmung von Ruthenium 384
Harberts, C. L., und G. Thijsen, Ursachen der Störung der Nitratbestimmung in Pflanzensubstanzen 148
Harding, R. D., siehe Broadbank, R. W. C.
Harrison, D. L., siehe Adams, R.
Hartley, R. S., siehe Hobson, B. C.
Hartmann, L., Analyse von Monoglyceriden und freiem Glycerin 134
Hashimoto, Y., siehe Yanagisawa, S.
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Hasiński, S., Spurenbestimmung von Mangan und Zink in Getreidekörnern 139
Hatcher, J. T., Borbestimmung in pflanzlichem Material 148
Havelka, S., und M. Raković, Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 229
Havíř, J., Bestimmung von Caesium 360
Hawthorne, M. F., siehe Strahm, R. D.
Hayashi, K., T. Danzuka und K. Ueno, Spektralphotometrische Fluoridbestimmung mit Lanthanchloranilat 55
Hazel, J. F., siehe Swann, W. B.
Heagy, A. B., Bestimmung von DDT in Bestäubungsmitteln 158
Heckman, M., Flammenphotometrische Calciumbestimmung in Viehfutter 156
Hegedüs, B., siehe Winterstein, A.
Hegemann, F., und O. Osterried, Flammenphotometrische Bestimmungsmethode für Natrium und Kalium in Gläsern 235, 448
Heidner, R. H., siehe Gibson jr., M. E.
Held, M., siehe Dörr, F.
Heller, H., Identifizierung von Speiseölen 138.
Hemmings, A. W., siehe Tata, J. R.
Hennessy, D. J., siehe Bonvicino, G. E.
Hensley, A. L., Colorimetrische Bestimmung von Spuren Säure in Terehpthalsäuredimethylester 392
Hensley, A. L., und J. E. Barney II, Spektralphotometrische Bestimmung von Fluor in Wasser aus radiochemischen Prozessen, katalytischen Petroleum-Prozessen und bei der Behandlung von Zahnkaries 205
Herb, S. F., P. Magidman und R. W. Riemenschneider, Arbeitsbedingungen zur Analyse von Fetten und Ölen 137
Hermann, A., siehe Hamann, V.
Herzog, E., siehe Torterat, P.
Hetnarska, K., und S. Piotrowski, Untersuchung von technischem (Bis-β-chloräthyl)-formaldehydacetal 156
Heyrovský, A., Titration von Quecksilber(II) mit Tetraphenyloborat 42
Hibbits, J. O., W. F. Davis und M. R. Menke, Bestimmung von Kupfer in Beryllium und Berylliumoxid 210. — Bestimmung von Molybdän in Beryllium und Berylliumoxid 210. — Bestimmung von Eisen in Beryllium und Berylliumoxid 209
Higuchi, T., T. D. Sokoloski und L. C. Schroeter, Bestimmung von Adrenalin in Gegenwart von Abbauprodukten 67

Hildebrand, G. P., und C. N. Reilley, Mikrobestimmung von Calcium in Gegenwart von Magnesium mit Calcon 40
Hilton, C. H., Bestimmung phenolischer Antioxydantien 394
Hintzsche, E., Komplexometrische Bestimmung von Zink 42
Hirano, S., A. Mizuike und Y. Iida, Bestimmung von Gold in metallischem Kupfer 209
Hirsjärvi, V. P., B. Salovius und M. Uosukainen, Maßanalytische Bestimmung von Eisen neben Calcium, Mangan, Kupfer, Kobalt und Phosphat 381. — Siehe auch Salovius, B.
Hobson, B. C., und R. S. Hartley, Bestimmung von nichtionischen Detergentien in Ölen und Wollextrakten 393
Hodos, M., siehe Ballczo, H.
Höchtlen, F., siehe Hofmann, K. A.
Hoel, D. C., D. T. Fanale und R. O. Clark, Abtrennung von Fluoriden aus Katalysatormassen 455
Hoes, D. A., siehe Gibson jr., M. E.
Hofmann, K. A., und F. Höchtlen, Bedingungen für die gravimetrische Benzolbestimmung 298
Holcomb, H. P., und J. H. Yoe, Spektrophotometrische Bestimmung von Uran mit 3-(2-Arsonophenylazo)-4,5-dihydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure 368
Holkeboer, P., siehe Meloan, C. E.
Holness, D., Bestimmung von Linalool 290
Holt, K. E., siehe Paulsen, T. M.
Honetz, N., und R. Kotzaurek, Bestimmung von Jod im Blutserum 396
Horner, H. J., J. E. Weiler und N. S. Angelotti, Bestimmung von Spuren Siliconen in Nahrungsmitteln und biologischem Material 317
Hornstein, I., J. A. Alford, L. E. Elliott und P. F. Crowe, Bestimmung der freien Fettsäuren in Fetten 136
Horrigan, V. M., V. A. Fassel und J. W. Goetzinger, Sauerstoffbestimmung in Yttriumfluorid durch ein Vakuumdestillationsverfahren 230
Hosoda, K., siehe Shimasaki, K.
Hoste, J., siehe Leliaert, G.
Hrobar, A. M., siehe Evans, H. B.
Hubbard, D. M., siehe Cholak, J.
Huber, H., siehe Kainz, G.
Huber, W., Papierchromatographische Untersuchung von Olefinen 288
Huditz, F., siehe Flaschka, H.
Hughes, E. E., und S. G. Lias, Bestimmung von Aldehyden in der Luft 202
Hughes, H., und L. Gwilliam, Analyse elektrolytisch isolierter Stahlgefügebestandteile 218
Hughes, H. W. D., siehe Barnard, J. A.
Humblet, L., siehe Tyou, P.
Hume, D. N., siehe Hummelstedt, L. E. I., sowie Miller, B.
Hummelstedt, L. E. I., und D. N. Hume, Photometrische Titration schwacher Basen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 118
Hunold, G. A., und B. Schühlein, Die Pyridin-Alkali-Reaktion als Grundlage zur Bestimmung chlorierter aliphatischer Kohlenwasserstoffe 81 [Or]
Hutchinson, J. A., siehe Critchfield, F. E.
Hutterer, F., und E. J. Singer, Bestimmung von Hydroxyprolin 398

Icha, F., Polarographische Bestimmung von Orotsäure 309
Ieky, T., siehe Mizukami, S.
Ignasiak, J., siehe Lewandowski, A.
Ihida, M., Bestimmung von säurelöslichem Aluminium in Stahl 220
Iida, Y., siehe Hirano, S.
Inaba, A., siehe Momose, T.
Inczédy, J., siehe Erdey, L.
Indemans, A. W. M., und H. E. J. Rademakers, Bestimmung einiger B-Vitamine in Multivitaminpräparaten 144
Inoue, T., siehe Momoki, K.
Internationaler Milchwirtschaftsverband, Bestimmung der Jodzahl von Butterfett nach Wijs 313
Ioffe, R. A., Papierelektrophoretische Trennung und Bestimmung von Proteinen und Glucoproteiden im Blutserum 76
Ionova, K. I., Genauigkeit der Spektralanalyse von Martin-Schlacken 233
Ishi, D., siehe Saitō, K.
Ishikawa, E., siehe Momoki, K.
Izmaĭlov, N. A., siehe Bezuglyj, V. D.

Jablonski, W. Z., und E. A. Johnson, Titration von Zink, Blei oder Wismut mit ÄDTA und Xylenolorange als Indicator 42
Jacini, C., siehe de Zotti, G.

Jackwerth, E., und H. G. Kloppenburg, Untersuchungen zur quantitativen Auswertung von Papierchromatogrammen in der Spurenanalyse durch Röntgenfluorescenzspektroskopie 186 [Or]
Jacobs, S., Bestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen mit Hilfe der Indantrionhydrat-Methode 63
James, A. E., siehe Klein, S.
Janáček, K., siehe Doležal, J.
Janák, J., Strukturbestimmung nichtflüchtiger organischer Verbindungen durch gaschromatographische Untersuchung der Pyrolyseprodukte 196. — Identifizierung organischer Substanzen durch definierte Pyrolyse und Gaschromatographie 197
Janauer, G. E., und J. Korkisch, Mikrobestimmung von Vanadium und Nickel in Rohölen und Rohölprodukten 241 [Or]
Janicka, K., und F. Kacprzak, Chromatographische Analyse von Küpenfarbstoff-Gemischen 159
Jankowska, T., siehe Minczewski, J.
Jarnagin, L. P., siehe Murthy, G. K.
Jasim, F., R. J. Magee, und C. L. Wilson, Trennung eines Gemisches von Mangan, Technetium, Rhenium, Ruthenium und Molybdän 379. — Bestimmung von Ruthenium, Rhodium und Palladium 59
Jasinger, F., siehe Stankoviansky, S.
Jaudon, E., siehe Boulin, R.
Jaulmes, P., und Ney, Untersuchung der Hybridenrotweine durch Papierchromatographie der Farbstoffe 311
Jecu, M., siehe Vasiliev, R.
Jensen, R., S. Garrin und F. Tayeau, Jodometrische Bestimmung von Chloramin T 305
Johnson, D. P., und F. E. Critchfield, Bestimmung von primären und sekundären Alkoholen 289
Johnson, E. A., siehe Jablonski, W. Z.
Johnson, E. I., siehe Abbott, D. C.
Johnson, J., siehe Thun, R. E.
Johnson, L. H., siehe Foley, F. R.
Johnson, L. Y., und T. E. Byers, Titration pharmazeutischer Präparate in nichtwäßriger Lösung 66
Johnson, R. M., Bestimmung von Getreidebrandsporen in Weizen 140
Johnston, C. C., siehe Steyermark, A.
Jonas, J., Bestimmung von Lactose auf papierchromatographischem Wege im Gemisch mit anderen Zuckern 298
Jones, A. C., siehe Dannenberg, H.
Jones, J. T., siehe Gidley, J. A. F.
Jones, T. C., siehe Miner, F. J.
Junie, V., siehe Popper, E.
Jureček, M., siehe Večeřa, M.
Jury, R. V., M. S. W. Webb und R. J. Webb, Bestimmung von Strontium in Knochen, Milch und Pflanzen 239
Juvet jr., R. S., M. C. Twickler und L. C. Afremov, Bestimmung von organischen Nitro-, Nitroso- und Azoverbindungen 128

Kabadi, M. B., siehe Ghag, A. S.
Kabanova, O. L., M. A. Danuschenkova und P. N. Paley, Reaktionen von Plutoniumionen mit Äthylendiamintetraessigsäure 370
Kačmar, E. G., Bestimmung von Benzol, Toluol und Xylol nebeneinander in der Luft 431
Kacprzak, F., siehe Janicka, K.
Kagan, J. J., siehe Smith, M. D.
Kainz, G. Mikrobestimmung von Glykoläther-verbindungen 133
Kainz, G., und H. Huber, Anomale Reaktionen bei der Aminostickstoffbestimmung von Sulfonsäureamiden 387. — Reaktionen der Pyrrolin- und Oxazolinverbindungen mit salpetriger Säure 387
Kainz, G., und F. Kasler, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure auf einige Aminosäuren 387
Kaiser, D. G., und W. W. Meinke, Bestimmung von Kobalt aus Vitamin B_{12} 145
Kaláb, M., Nachweis von Kynurenin und Xanthurensäure im Harn 80
Kamiya, S., Nachweis von primären und sekundären Aminen 292
Kanning, E. W., und A. W. Campbell, pH-Messungen 284
Kapétanidis, I., siehe Wenger, P. E.
Kapitańczyk, K., und S. Kiciak, Bestimmung von Gelatine, von Kupfer und von beiden nebeneinander mit der Biuretreaktion 295
Karraker, S. K., siehe Fritz, J. S.
Karttunen, J. O., und H. B. Evans, Abtrennung von Rhodium von Uran, Molybdän, Ruthenium, Palladium und Zirkonium aus Uran-Brennstofflegierungen 435
Kasida, Y., siehe Nagasawa, K.
Kasler, F., siehe Kainz, G.
Katsuyama, K., siehe Motojima, K.
Kaufman, H. R., siehe Zlatkis, A.

Kaufmann, H. P., und H. Kirschnek, Isolierung höherer Fettaldehyde aus Gehirnphosphatiden des Pferdegehirns 73
Kawase, A., siehe Yanagihara, T.
Kawase, S., siehe Tsuchihashi, S.
Kean, E. L., und F. C. Charalampous, Bestimmung von Myo-Inosit 399
Keeney, M., siehe Day, E. A.
Kelley, M. T., siehe Maddox, W. L.
Kemula, W., E. Rakowska und Z. Kublik, Bestimmung geringer Mengen Kupfer, Blei und Cadmium in Uransalz 450
Kesser, G., siehe Larsen, R. P.
Keulemans, A. I. M., Strukturbestimmung von organischen Verbindungen in der Gaschromatographie 196
Khalifa, H., und M. G. Allam, Potentiometrische Bestimmung von Quecksilber mit ÄDTA 364
Khopkar, S. M., und A. K. De, Extraktion und colorimetrische Bestimmung von Cer(IV) 44. — Spektralphotometrische Bestimmung von Uran nach Extraktion mit Thenoyltrifluoraceton 46
Kiba, T., I. Akaza und O. Kinoshita, Colorimetrische Quecksilberbestimmung 363
Kiba, T., S. Ohashi und T. Maeda, Auftrennung von Gemischen langlebiger Spaltprodukte 453
Kiciak, S., siehe Kapitańczyk, K.
Kido, Y., siehe Nagasawa, K.
Kienitz, H., und O. Riedel, Quantitative Bestimmung des ^{14}C-Gehaltes markierter Stoffe in einer geschlossenen Glasapparatur 93 [Or]
Kiesvaara, M., siehe Kreula, M.
Killick, R. A., siehe Morris, D. F. C.
King, R. W., M. A. Kust und S. S. Kurtz jr., Strukturanalyse von Schmierölen 150. — Siehe auch Fabrizio, F. A.
Kinoshita, O., siehe Kiba, T.
Kirschnek, H., siehe Kaufmann, H. P.
Kirsten, W. J., und M. E. Carlsson, Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 64
Kitano, Y., siehe Tsubota, H.
Klecak, G. L., siehe Morrison, G. H., sowie Rupp, R. L.
Klein, S., A. E. James und M. M. Tuckerman, Bestimmung von Äthinyloestradiol und Methyltestosteron in pharmazeutischen Präparaten 67
Klinger, P., und W. Koch, Bestimmung von Gefügebestandteilen im Stahl 443
Klinger, W., Fehlermöglichkeit bei der Beurteilung von Aminosäurechromatogrammen mit Ninhydrin 73
Kloppenburg, H. G., siehe Jackwerth, E.
Knappen, F., Fehlermöglichkeit bei der Messung radioaktiver Proben 124
Kniseley, R. N., V. A. Fassel und C. F. Lentz, Linienspektren von Seltenen Erden 366
Knjazeva, E. M., siehe Lukjanov, V. F.
Knödel, W., und H. Weisz, Ringofenmethode 54
Knowlton, M., F. C. Dohan und H. Sprince, Ehrlich-Reagens für Verbindungen mit Indolstruktur 308
Knypl, J. S., siehe Antoszewski, R.
Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Koch, W., und H. Sundermann, Bestimmung von Gefügebestandteilen im Stahl 443. — Siehe auch Klinger, P.
Koeckhoven, L. van, siehe Wachsmuth, H.
Kolčin, I. K., siehe Michajlenko, Ju. Ja.
Komlev, L. N., siehe Fiškova, N. L.
Kononenko, L. I., und N. S. Poluektov, Dihydroxychromenole zur Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 49
Korenman, I. M., F. R. Šejanova und S. D. Kušin, Farb- und Fluorescenzreaktionen von Gallium mit Azofarbstoffen 46
Korkisch, J., siehe Janauer, G. E.
Korneev, V. A., Bestimmung der Seltenen Erden in Gemischen 366. — Schnellmethode zur Bestimmung von Hafnium in Zirkonium 215
Korondán, I., und J. Zýka, Bemerkungen zum Gebrauch des Silber-Reduktors 161 [Or]
Korotun, M. V., Fällung von Nickel mit Dimethylglyoxim neben Kobalt 384.
Koršun, M. O., siehe Gelman, N. E.
Kortüm, M., Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium im Serum 395
Korvezee, A. E., Bestimmung von Uran in gepulverten festen Proben 46
Kosiński, J., und M. Nikonorow, Spektralphotometrische Bestimmung von technischem α-Naphthylessigsäuremethylester in Kartoffeln 140
Kotrlý, S., und J. Vřešťál, Mikrobestimmung von Wismut und Blei mit Xylenolorange als Indicator 375

Kotzaurek, R., siehe Honetz, N.
Koyama, K., Bestimmung von Plutonium(IV) mit der Square-Wave-Polarographie 370
Kozáková, M., siehe Večeřa, M.
Kozlov, V. V., und A. A. Davydov, Bestimmung von Anthrachinonsulfonsäuren durch Überführen in Chloranthrachinon 135
Krasnobaeva, N., siehe Budevski, O. B.
Kratochvíl, V., Photometrische Bestimmung von geringen Mengen Cyanid 371
Kratochvíl, V., M. Matrka und J. Marhold, Photometrische Bestimmung von Benzidin, Diphenylin, o-Benzidin, o-Tolidin und o-Dianisidin 305
Krause, B. H., siehe Thun, R. E.
Krausz, I., Mikronachweis von Vanadium durch Säulenchromatographie 53.
Krešков, A. P., L. N. Bykova und N. A. Mchitarjan, Potentiometrische Titration schwacher Säuren in wasserfreier methyläthylketonischer Lösung 197
Krešков, A. P., und V. A. Drozdov, Titration von Methylchlorsilangemischen in nichtwäßriger Lösung 129
Kreula, M., und M. Kiesvaara, Bestimmung von L-5-Vinyl-2-thiooxazolidon in pflanzlichem Material und in Milch 315
Kropp, R., siehe Fischer, J.
Krull, L., siehe Becker, E.
Krupička, J., und J. J. K. Novák, Polarographische Bestimmung von Methylglyoxal 134
Kublik, Z., siehe Kemula, W.
Kubota, H., Prüfung der stöchiometrischen Zusammensetzung von Urandioxid 370
Kulandaivelu, V., und A. P. Madhavan Nair, Coulometric Estimation of Ferrocyanides 342 [Or]
Kumov, V. I., siehe Gusev, S. I.
Kuraš, M., siehe Stužka, V.
Kurobe, M., siehe Tajima, N.
Kuroda, R., siehe Hamaguchi, H.
Kurtz jr., S. S., siehe King, R. W.
Kušin, S. D., siehe Korenman, I. M.
Kust, M. A., siehe King, R. W.
Kuznecov, V. I., und S. B. Savvin, Photometrische Thoriumbestimmung im Monazitsand mit Arsenazo II 226
Kvapil, J., siehe Stužka, V.
Lada, Z., Analyse von Azobutyronitril 154
Lai, J. R., siehe Callahan, C. M.
Lai, M. G., siehe Weiss, H. V.
Lamb, R. C., L. D. McGilliard und J. R. Brunner, Genauigkeit der Laktometer-Feldmethode zur Bestimmung von Nichtfettbestandteilen in Milch 142
Langmyhr, F. J., und O. B. Skaar, Gehaltsbestimmug von Schwefelsäure im Bereich von 80—99% 377
Lapière, C. L., siehe Stainier, C.
Larsen, R. P., L. E. Ross und G. Kesser, Bestimmung von Zirkonium in Uranlegierungen, die Spaltelemente enthalten 212. —Siehe auch McCown, J. J.
Larsson, S. O., siehe Hallgren, B.
Lassner, E., R. Püschel und R. Scharf, Die photometrische Bestimmung des Titans neben Niob und Tantal als Peroxytitanyl-1,2-diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraacetat 345 [Or]
Lassner, E., und R. Scharf, Bestimmung von Kobalt in gesinterten Carbiden 231
Latinák, J., Chromatographische Trennung und Identifizierung von Naphthalinsulfosäuren 300
La Lau, C., Ausblick auf die Anwendungsmöglichkeiten der Infrarotanalyse zur Strukturbestimmung 277
Lebedev, N. N., siehe Michajlenko, Ju. Ja.
Lecomte, J., siehe Duval, C.
Lederer, M., siehe Pluchet, E.
Lefort, M., Apparatur zur Mikroanalyse von Gasen und Gasgemischen 285
Léger, J., Mikro- und Halbmikrobestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen 62. — Siehe auch Le Berre, A.
Legrand, M., siehe Pesez, M.
Leliaert, G., J. Hoste und Z. Eeckhaut, Bestimmung von Wolfram in hochlegierten Stählen 222
Lemieux, P. E., und R. H. Black, Untersuchung zur selbstregistrierenden spektrochemischen Bestimmung von Fluor in Aluminiumoxid 231
Lemm, H., siehe Abresch, K.
Lengyel, B., S. Dobos und F. Till, Lösungsgeschwindigkeiten von Kalium und Natrium aus verschiedenen Gläsern zur flammenphotometrischen Messung 236
Lentz, C. F., siehe Kniseley, R.N.

Lethco, E. J., siehe Conway, W. D.
Lewandowski, A., Anreicherung von Ionen durch Papierchromatographie 119. — Sichtbarmachung von Kationen auf Papierchromatogrammen 120
Lewandowski, A., und J. Ignasiak, Papiere zur Anreicherung von Ionen 119
Lewandowski, A., und W. Szczepaniak, Bestimmung von Fluoriden auf Chromatogrammen 56
Lewis, J. T., siehe Weeks, L. E.
Lias, S. G., siehe Hughes, E. E.
De Ligny, C. L., und P. F. M. Luykx, p_H-Messungen in wasserfreiem Methanol 284
De Ligny, C. L., und A. A. Wieneke, Unstimmigkeiten bei p_H-Messungen in wasserfreiem Methanol 284
Lima, F. W., und A. Abrão, Trennung von Wismut und Blei mit Alkalilauge und ÄDTA 52
Linday, E. M., siehe Chayen, R.
Linde, P. F., siehe Nyman, C. J.
Lipiec, T., siehe Petri, S.
Lipšic, B. M., und G. K. Smirnova, Quantitative Tüpfelmethode zur Bestimmung von Germanium 372
Lipsky, S. R., siehe Lovelock, J. E.
Lisk, D. J., siehe Gutenmann, W. H.
Lockyer, R., und G. E. Hames, Anordnung zu spektrographischen Bestimmungen 433
Lodding, W., und L. Hammell, Vorgänge beim Erhitzen von Eisenoxidhydraten 57
Lösing, H., siehe Munk, H.
Losa-Martin, B., siehe Arribas-Jimeno, S.
Loveland, J. W., siehe Fabrizio, F. A.
Lovelock, J. E., und S. R. Lipsky, Identifizierung organischer funktioneller Gruppen mittels Ionisationsspektroskopie 287
Ludwick, J. D., Analyse von Zirkonium-Niob-Gemischen 50
Ludwig, R. A., siehe Thorn, G. D.
Luke, C. L., Bestimmung von Bor 43. — Bestimmung von Kobaltspuren auf hochreinem Nickelmetall 217
Lukin, A. M., und E. A. Boževol'nov, Reagens zur Luminescenzbestimmung von Gallium 47
Lukjanov, V. F., und E. M. Knjazeva, Reaktion von Zirkonium mit Methylthymolblau und spektrophotometrische Zirkoniumbestimmung 49. — Siehe auch Grigoriev, V. F.
Lundgren, D. P., Bestimmung von Mono-(Ortho-)Phosphat und Gesamtphosphat 374
Luykx, P. F. M., siehe De Ligny, C. L.
Lyles, G., siehe West, P. W.

McCann, D. S., P. Burcar und A. J. Boyle, Bestimmung von Kupfer in Menschenserum mit Rubeanwasserstoffsäure 463
McCormack, J. J., F. H. Cripps und W. A. Wiblin, Bestimmung der Uran-233-Bildungsrate in Thorium-Kernbrennstoffen 223
McCown, J. J., und R. P. Larsen, Bestimmung von Cer-144 in Uranspaltprodukten 453
McGeer, E. G., siehe Smith, D. M.
MacGillavry, C. H., Überblick über die Anwendungsmöglichkeiten der Diffraktionsanalyse bei organischen Verbindungen 277
McGilliard, L. D., siehe Lamb, R. C.
Machata, G., Dünnschichtchromatographie in der Toxikologie 319
Mack, P. A., siehe Strickland, R. D.
McKeown, G. G., siehe Przybylski, W.
McNabb, W. M., siehe Swann, W. B.
Maddox, W. L., und M. T. Kelley, γ-Absorptiometer für Laboranalysen der schweren Elemente 124
Madhavan Nair, A. P., siehe Kulandaivelu, V.
Maeda, T., siehe Kiba, T.
Maekawa, S., Y. Yoneyama und E. Fujimori, Bestimmung von Kobalt in Eisen und Stahl 444
Magee, R. J., siehe Jasim, F.
Magidman, P., siehe Herb, S. F.
Mahnot, U. S., und N. C. Sogani, Spektralphotometrische Bestimmung von Formaldehyd 130
Mahr, C., und K. H. Waffenschmidt, Bestimmung von Zinn in Roheisen und Stahl 441
Maire, J. C., Bedingungen für die gravimetrische Benzolbestimmung 298
Majer, J., siehe Šaršúnová, M.
Majer, P., siehe Stankoviansky, S.
Majumdar, A. K., und J. G. Sen Gupta, Spectrophotometric Determination of Osmium. Part IV. m-Amino Benzoic Acid as a Reagent 13 [Or]
Malát, N., siehe Suk, V.
Malinowski, J., siehe Minczewski, J.
Maljutina, T. M., B. M. Dobkina und Ju. A. Černichov, Rheniumbestimmung nach der differentialspektrometrischen Methode 57

Manning, D. L., siehe Ball, R. G.
Mano, E. B., Farbreaktion zur Identifizierung von monomerem und polymerem Methacrylat 131
Manzo, E. Y., siehe Eshelman, L. R.
Marcus, S. J., siehe Eshelman, L. R.
Marhold, J., siehe Kratochvíl, V.
Marko, A. M., und F. B. Reynolds, Colorimetrische Bestimmung von Indican 306
Markovits, I., siehe Erdey, L.
Martin, F., und A. Floret, Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen 61
Martínek, K., und J. Gottfried, Radiometrische Kaliumbestimmung in NPK-Düngern 229
Mashima, M., Bestimmung von Nickel mit o-Aminobenzaldehydäthylendiimin 58. — Bestimmung von Kupfer und Nickel im Stahl 219
Mastio, G. J., siehe Dressler, D. P.
Matano, N., siehe Yanagihara, T.
Matrka, M., siehe Kratochvíl, V.
Matsuyama, G., siehe Schluter jr., E. C.
Mattenheimer, H., Bestimmung von Proteinen mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 75
Mattern, P. J., siehe Sandstedt, R. M.
Matuoka, H., siehe Momoki, K.
Maulding, J., siehe Barker, J. E.
Maurice, M. J., und S. M. Ploeger, UV-Spektrophotometrische Bestimmung von Spuren Blei, Eisen und Kupfer in Zinksulfat 246 [Or]
Maziekien, I., L. Ermanis und T. J. Walsh, Platinbestimmung in Crack-Katalysatoren 230
Mchitarjan, N. A., siehe Krešков, A. P.
Medlin, W. L., Colorimetrische Bestimmung von Zink und Cadmium in synthetischen Anhydritproben 228
Mehlenbacher, V. C., siehe Pohle, W. D.
Mehta, M. M., siehe Athavale, V. T.
Mehta, N. C., und H. Deuel, Pentosanbestimmung in Böden 455
Meier, R., Bestimmung von Halogen in organischen Substanzen 388
Meinke, W. W., siehe Kaiser, D. G.
Meleščenko, K. F., Bestimmung von Trichlorbenzol im Wasser 205
Mellish, C. E., siehe Cook, G. B.
Mellon, M. G., siehe Boltz, D. F., sowie Rider, B. F.
Meloan, C. E., P. Holkeboer und W. W. Brandt, Spektralphotometrische Bestimmung von Uranylionen 46
Mendel, D., Bestimmung der CO_2-Spannung im Blut 240
Menis, O., siehe Ball, R. G.
Menke, M. R., siehe Hibbits, J. O.
Merchant, A. C., R. Goldberger und H. G. Barker, Vorbehandlung des Blutes vor der Ammoniakanalyse 71
Meredith, E. A., siehe Thun, R. E.
Meyer, S., und O. G. Koch, Photometrische Bestimmung von Antimon mit Methylfluoron 175 [Or]
Michael, P. J., siehe La Du, B. N.
Michajlenko, Ju. Ja., N. N. Lebedev und I. K. Kolčin, Bestimmung der isomeren Cymole und tertiären Butyltoluole durch Infrarot-Absorptionsspektrophotometrie 299
Michl, H., Grundbegriffe von Migrationsverfahren zur Analyse anorganischer und organischer Stoffe 278
Miller, B., und D. N. Hume, Coulometrische Titration von Quecksilber, Gold, Kupfer oder Hexacyanoferrat (III) 365
Miller, G. D., siehe Pomeranz, Y.
Miller, M. H., und C. H. E. Werkhofen, Bestimmung von Phosphor-32 in lebenden Pflanzen 148
Milner, O. I., und L. Gordon, Feststellung der Temperatur, die zum Glühen von Aluminiumoxid notwendig ist 43
Minczewski, J., J. Malinowski und T. Jankowska, Methoden zur Bestimmung und Abtrennung von Uran 44
Miner, F. J., R. P. Degrazio, C. R. Forrey jr. und T. C. Jones, Abtrennung von Aluminium aus Plutonium-Aluminium-Legierungen 211
Mitra, S. N., siehe Roy, B. R.
Miyake, S., siehe Takahashi, T.
Mizuike, A., siehe Hirano, S.
Mizukami, S., T. Ieky und K. Numoto, Reinigung von Stickstoff zur Sauerstoffbestimmung 63
Modak, K. V., siehe Ghag, A. S.
Molle, L., und G. Patriarche, Bestimmung von Zink in Insulinpräparaten 456
Momoki, K., H. Matuoka, T. Inoue und E. Ishikawa, Röntgenfluorescenzspektrometrische Bleibestimmung in metallischen Spielzeugfarben 237
Momose, T., A. Inaba, Y. Mukai und M. Watanabe, Bestimmung von Zucker in Blut und Urin mit 3,6-Dinitrophthalsäure 399
Momose, T., und Y. Ohkura, Bestimmung von Blutzucker 76

Monnier, D., W. Haerdi und J. Vogel, Bestimmung kleiner Kobaltgehalte in einem Chrom-Nickelstahl 223
Montgomery, H. A. C., Saubere radiochemische Trennung von Barium und Strontium 361
Moračevskaja, M. D., und B. V. Pticyn, Radiometrische Bestimmung von Jodid neben Chlorid und Bromid 379
Morikawa, H., siehe Yokosuka, S.
Morris, D. F. C., Neutronenaktivierungsanalyse in der Kerntechnologie 123
Morris, D. F. C., und R. A. Killick, Bestimmung von Spurenbestandteilen in Ergußgesteinen 447. — Bestimmung von Silber und Thallium in Gesteinen 225
Morris, D. F. C., und A. Olya, Bestimmung von Tantal in Gesteinen durch Neutronenaktivierungsanalyse 446
Morrison, G. H., R. L. Rupp und G. L. Klecak, Analyse von hochreinem Siliciumcarbid 439. — Siehe auch Rupp, R. L.
Moshier, R. W., siehe Chan, F. L.
Moškevič, S. A., siehe Gorjaev, M. I.
Motojima, K., H. Hashitani und K. Katsuyama, Spektrophotometrische Bestimmung von Aluminium und Eisen in hochgereinigtem Magnesium 434
Müller-Uri, G., siehe Guttmann, W.
Mukaewaki, K., Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen und Stahl 220. — Bestimmung von Tantal in rostfreiem Stahl 220
Mukai, Y., siehe Momose, T.
Munk, H., und H. Lösing, Bestimmung von Phosphorsäure in Düngemitteln 389
Murphy, E. A., siehe Dunn, M. S.
Murthy, A. R. V., V. A. Narayan und M. R. A. Rao, Sulfid-Schwefelbestimmung in Mineralien 228. — Siehe auch Rao, V. R. Satyanarayana
Murthy, G. K., J. E. Coakley und J. E. Campbell, Bestimmung von Strontium-90 in Milch 142
Murthy, G. K., L. P. Jarnagin und A. S. Goldin, Bestimmung von Strontium-90, Yttrium-90, Barium-140 und Cäsium-137 in Milch 142
Mustafin, I. S., und N. S. Frumina, Bestimmung des aktiven Sauerstoffs in aufgeladenen metallokeramischen Nickelelektroden 208
Năcutiu, T., siehe Dema, I.
Nagai, H., Trennung der Lanthaniden durch Fällungspapierchromatographie mit Hydroxychinolin 367
Nagasawa, K., Y. Kasida und Y. Kido, Radiochemische Analyse der Leber von Fischen 238
Nagasawa, M., siehe Fujita, M.
Nakagawa, G., und T. Nomura, Polarographische Bestimmung von Kobalt neben Kupfer, Nickel und Zink 383. — Siehe auch Dono, T.
Nakamura, G. R., Nachweis von Monoacetylmorphin und Acetylcodein 320
Nakamura, S., siehe Yanagisawa, S.
Narayan, V. A., siehe Murthy, A. R. V.
Nebel, I. U., Bleibestimmung im Wasser aus öffentlichen Versorgungsleitungen 204
Nechamkin, H., Maßanalytische Schnellbestimmung von Zinn in Blei-Zinn-Lötmetall 214
Neeb, R., Die röntgenfluorimetrische Bestimmung des Osmiums im μg-Be-Bereich. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle. X. 21 [Or]
Negishi, R., siehe Hamaguchi, H.
Negoiu, D., siehe Popa, G.
Nelson, H. K., und M. D. Grimes, Bestimmung des extrahierbaren Natriums in flüssigen Kohlenwasserstoffen 391
Nelson, L. B., und D. J. Stormont, Bestimmung von mehrkernigen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Petroleumwachsen 390
Newton, P., siehe Dupée, L. F.
Ney, siehe Jaulmes, P.
Nicholls, H. A., siehe Wood, D. F.
Nielsch, W., und L. Giefer, Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid und seinen Derivaten in Stoffwechselprodukten und biologischem Material 80
Nietzel, O. A., siehe Petrow, H. G.
Niewiadomski, H., W. Zwierzykowski und M. Płoszynski, Konduktometrische Bestimmung oberflächenaktiver Stoffe 160
Nikonorow, M., siehe Kosiński, J.
Nishioka, I., Papierchromatographie der Steroide und Triterpenoide 78
Noe, J., siehe Sawicki, E.
Nomura, T., siehe Dono, T., sowie Nakagawa, G.
Nouyrigat, F., siehe Durand, R.
Novák, J. J. K., siehe Krupička, J.
Novikavo, E. N., siehe Bugorkova-Zeleneckaja, A. A.

Novožilova, K. I., siehe Gelman, N. E.
Numoto, K., siehe Mizukami, S.
Nyman, C. J., J. L. Ragle und P. F. Linde, Polarographisches Verhalten von Ammoniumion an der Quecksilbertropfkathode 373

Oba, T., Reinheitsprüfung von Insektenvertilgungsmitteln 157
Obotova, M. N., Isomerenbestimmung in technischem Trikresylphosphat 155
Ochynski, F. W., Photometrische Bestimmung geringer Mengen Phenol 301
Oda, N., und S. Sawabe, Bestimmung von Natriumchlorid in neutralen Waschmitteln und Molkereiprodukten 393
Oehme, F., Dielektrische Messungen für Strukturbestimmungen und quantitative Analysen 282. — Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Mercaptanen in technischen Gasen 203
v. Oër, A., siehe Fromm, D.
Ogibina, T. Ja., siehe Šostakovskij, M. F.
Ohashi, S., siehe Kiba, T.
Ohkura, Y., siehe Momose, T.
Ohlrogge, A. J., siehe Duncan, W. G.
Oita, I. J., Bestimmung von Sauerstoff in Erdölfraktionen 150
Okada, M., Bestimmung kleiner Selengehalte in elementarem Schwefel und schwefelhaltigen Salzen 454
Oldfield, J. F. T., siehe Carruthers, A.
Oldfield, J. H., und E. P. Bridge, Spektrographisches Verfahren zur Analyse von Säuren höchster Reinheit 236
Olevskij, V. M., siehe Gorodeckij, L. Ja.
Olsen, E. D., siehe Blaedel, W. J.
Olson, E. C., und C. D. Alway, Automatische Registrierung von derivativen Ultraviolettspektren 118
Olya, A., siehe Morris, D. F. C.
Osterried, O., siehe Hegemann, F.

Palágyi, T., Bestimmung von Uran in Mineralien und Erzen 227
Paley, P. N., siehe Kabanova, O. L.
Parkhurst, R. M., siehe Burke, W. J.
Parry, E. P., siehe Schluter jr., E. C.
Pasher, I., siehe Baker, H.
Pássera, P., L. Garzón-Ruipérez und J. Salas-Sanceledonio, Schnellbestimmung von Kieselsäure 372
Pastuska, G., Die Kieselgelschicht-Chromatographie von Phenolen und Phenolcarbonsäuren 355 [Or]. — Untersuchungen über die qualitative und quantitative Bestimmung der Zucker mit Hilfe der Kieselgelschicht-Chromatographie. II. Mitteilung 427 [Or]
Patchett, G. G., siehe Batchelder, G. H.
Patel, C. C., siehe Shankaranarayana, M. L.
Patriarche, G., siehe Molle, L.
Patterson, J. H., siehe Evans, H. B.
Paul, R. M., siehe Smith, D. M.
Paulsen, T. M., K. E. Holt und R. E. Anderson, Bedingungen zur Bestimmung wasserdispergierbaren Proteins in Sojaöl, -schrot und -mehl 136
Pavlova, V. N., und N. P. Strel'nikova, Bestimmung von Cadmium in Nickel und Kobalt durch Ionenaustausch 218. — Siehe auch Strel'nikova, N. P.
Payne, C. M., siehe Barker, J. E.
Payne, J. A., siehe Cook, G. B.
Paz Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pejzulaev, Š. I., L. K. Popova und R. L. Sljusareva, Spektralanalytische Bestimmung von Spuren anorganischer Beimengungen in organischen Verbindungen 160
Pendley, J., siehe Behel, A. D.
Pertascu, S., E. Grou und G. Ballif, Analyse von technischer 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 158
Pesez, M., und M. Legrand, Bestrebungen und Richtlinien der neuzeitlichen organischen Analysenmethoden 287
Petri, S., und T. Lipiec, Bestimmung von Thallium in biologischem Material 240
Petrova, E. I., siehe Černichov, Ju. A.
Petrova, L. N., siehe Bugorkova-Zeleneckaja, A. A.
Petrow, H. G., O. A. Nietzel und M. A. De Sesa, Ermittlung des Radium-226-Gehaltes in Produkten der Uranaufbereitung 450
Pfordte, K., und K. Pohle, Photochemische Veränderungen am Milcheiweiß 321 [Or]
Phennah, P. J., siehe Powell, R. J.
Pierzschalski, T., Qualitative Trennung der Glykoalkaloide aus Kartoffeln 141

Pines, I., Anwendung der mathematischen Statistik im chemischen Industrie-Laboratorium 201
Piotrowski, S., siehe Hetnarska, K.
Pirtea, T. I., Gravimetrische Bestimmung von Scandium 366
Ploeger, S. M., siehe Maurice, M. J.
Płoszynski, M., siehe Niewiadomski, H.
Plowman, R. A., und I. R. Wilson, Polarographische Bestimmung von Rhodanid in saurer Lösung neben Cyanwasserstoff, Wasserstoffperoxid und Sulfationen 372
Pluchet, E., und M. Lederer, Papierchromatographie anorganischer Anionen auf Acetatpuffern 280
Podaný, V., siehe Stankoviansky, S.
Pohle, K., siehe Pfordte, K.
Pohle, W. D., und V. C. Mehlenbacher, Bestimmung von α-Monoglyceriden 134
Poljakov, V. P., siehe Bezuglyj, V. D.
Poluektov, N. S., siehe Kononenko, L. I.
Pomeranz, Y, und G. D. Miller, Bestimmung von Sojamehl in Weizenmehl 140
Popa, E., siehe Popper, E.
Popa, G., Negoiu, D. und Gh. Baiulescu, Polarimetrische Bestimmung von Zirkonium(IV) neben Uran(VI) mit Tartrazin 372
Popoff, A., und V. Gădeva, Bestimmung von Beschleunigern und Antioxydantien in Kautschukansätzen 154
Popov, A., Schnellbestimmung von Kupfer in gebrannten alkoholischen Getränken 311
Popova, L. K., siehe Pejzulaev, Š. I.
Popper, E., V. Junie, E. Popa und L. Roman, Bestimmung von Wismut mit 2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol 375
Potter, A. D., siehe Burke, W. J.
Potter, E. F., J. R. Wilson und K. T. Williams, Glucoseoxydase-Methode zur Bestimmung von Zuckern 149
Povondra, P., und D. Roubalová, Bestimmung von Phosphorsäure in natürlichen Eisenphosphaten 445
Powell, R. J., P. J. Phennah und J. E. Still, Bestimmung von Beryllium in Laboratoriumsluft 201
Pratt, P. F., und G. R. Bradford, Flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium, Calcium, Natrium und Kalium in Böden 229
Přibil, R., und K. Burger, Bestimmung von Thorium in Gegenwart von anderen Metallen 44
Primavesi, C. R., Analyse von Leichtkohlenwasserstoffen 391
Prinz, W., Steigerung der Genauigkeit der Volhardschen Silbertitrationsmethode durch Einsatz von Neophanglasbrillen 38
Pristera, F., M. Halik, A. Castelli und W. Fredericks, Analyse von Explosivstoffen mit Hilfe der IR-Spektroskopie 395
Przybylski, W., R. B. Smyth und G. G. McKeown, Bestimmung von Teerfarbstoffen auf Orangen 147
Pticyn, B.V., siehe Moračevskaja, M.D.
Püschel, R., Photometrische Cerbestimmung 367. — Schnellbestimmung von kleinen Mengen Orthophosphat 374. — Siehe auch Lassner, E.
Pungor, E., und L. Balázs, Hochfrequenztitrationen 285

Quinkert, E., siehe Fegeler, F.

Rabinovitz, M., siehe Rappaport, F.
Rademakers, H. E. J., siehe Indemans, A. W. M.
Radomski, M. W., siehe Smith, M. D.
Ragle, J. L., siehe Nyman, C. J.
Raisch, M., siehe Eisenbrand, J.
Raković, M., siehe Havelka, S.
Rakowska, E., siehe Kemula, W.
Rall, H. T., siehe Thompson, C. J.
Ralls, J. W., siehe Carson, J. F.
Rao, A. L. J., siehe Deshmukh, G. S.
Rao, K. Bhaskara, Bestimmung von Hydroxylamin 50
Rao, M. R. A., siehe Murthy, A. R. V.
Rao, V. R. Satyanarayana und A. B. Murthy, Titrimetrische Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 294
Rappaport, F., und M. Rabinovitz, Agar-Papierelektrophorese von Hämoglobin A und F 79
Reed, J. F., Analyse von Legierungen auf Bi-Sb-Te-Se-Basis 215
Reekers, I., siehe Balks, R.
Reese, M., siehe Spitzy, H.
Reid, R. L., Bestimmung von Ketokörpern im Blut 396
Reilley, C. N., siehe Hildebrand, G. P.
Reisman, A., siehe Berkenblit, M.
Rentschler, H., siehe Tanner, H.
Rexin, D., siehe Blasius, E.
Rey-Mendoza, R., siehe Bermejo-Martínez, F.

Reynolds, F. B., siehe Marko, A. M.
Ribner, A., siehe Sharefkin, J. G.
Richmond, J. W., siehe Daniels, N. W. R.
Rider, B. F., und M. G. Mellon, Bestimmung von Nitriten 128
Riedel, O., siehe Kienitz, H.
Riedl, O., siehe Woidich, H.
Rieman III, W., siehe Breyer, A.
Riemenschneider, R. W., siehe Herb, S. F.
Riess, C., Nachweis und Abtrennung höhermolekularer Phosphate in Phosphatgemischen 358 [Or]
Riffart, H. ,siehe Strohecker, R.
Říhová, J., siehe Štráfelda, F.
Robertson, J. H., Berechnungsgrundlagen für die Einfach-Explosionsgasanalyse 125
Roczniokova, K., siehe Błaszkowicz, J.
Roepke, M. H., siehe Hammond, P. B.
Rogasch, P. E., siehe Bellamy, L. J.
Rogers, R. N., siehe Yasuda, S. K.
Roman, L., siehe Popper, E.
Roos, J. B., und A. Versnel, Spektralphotometrische Schnellbestimmung von Benzoesäure und Sorbinsäure in Margarine und in Butter 137
Ropp, G. A., Isotopenanalyse zur Bestimmung von Oxydationsprodukten in Kohlenwasserstoffen 152
Rosenblum, C., Bestimmung von Oxydationsprodukten in Kohlenwasserstoffen 152
Ross, L. E., siehe Larsen, R. P.
Ross, S. D., und D. W. Wilson, Differentialphotometrie von Mehrkomponentensystemen 118
Rossmanith, K., und Z. G. Hanna, Spektralanalytische Untersuchungen an Wolframerzen 228
Roubalová, D., siehe Povondra, P.
Rouby, B., siehe Stainier, C.
Roux, A., und J. Roux-Matignon, Identifizierung von Pholcodin durch Einwirkung von Morpholinyl-β-chloräthyl auf Morphinnatrium in alkoholischem Milieu 461
Roux-Matignon, J., siehe Roux, A.
Roy, B. R., S. N. Mitra und P. N. Sen Gupta, Trennung und Nachweis von Antioxydantien 394
Roy, J. K., Nachweis von Zuckern auf Papierchromatogrammen 296
Runti, C., und G. Bruni, Gaschromatographische Untersuchung von Thymianöl 458
Ruoff, A. L., und J. C. Giddings, Theoretische Erörterung der Transportvorgänge auf Papierchromatogrammen 279. — Siehe auch Giddings, J. C.
Rupp, R. L., G. L. Klecak und G. H. Morrison, Analyse der Verunreinigungen in hochreinem Nickel 439. — Siehe auch Morrison, G. H.
Russell, H. D., siehe Bowers, R. C.
Russkich, A. A., siehe Gernet, E. V.
Rybakow, W. N., siehe Stroński, I.

Šabanov, I. M., siehe Gorjaev, M. I.
Saitō, K., D. Ishi und T. Takeuchi, Verfahren zur spektralphotometrischen Bestimmung von Cadmium und Uran 389
Salaria, G. B. S., Separations Involving Sulphides. I. Separation of Pentavalent Antimony from Alkaline Earths 91 [Or]
Salas-Sanceledonio, J., siehe Pássera, P.
Salesin, E. D., und L. Gordon, Fällung von Metalloxinaten aus homogener Lösung 126
Salovius, B., V. P. Hirsjärvi und M. Uosukainen, Bestimmung von Eisen durch Titration mit Kaliumdichromat 381. — Siehe auch Hirsjärvi, V. P.
Salyer, D., und T. R. Sweet, Fällungsgrad von Kaliumnitritocobaltat(III) 383
Sandell, E. B., siehe Hara, T., sowie Surasiti, C.
Sander, H., M. Alkemeyer und R. Hänsel, Bestimmung der Glykoalkaloide in Solanum dulcamara L. 462
Sandstedt, R. M., und P. J. Mattern, Quantitative Bestimmung beschädigter Stärkekörner in Mehl 140
Saraiya, S. C., V. S. Srinivasan und A. K. Sundaram, Polarographie von Uran in thiocyanathaltigen Lösungen 369
Saraswat, H. C., und S. K. D. Argawal, Bestimmung von Cadmium mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 362
Šaršúnová, M., J. Tölgyessy und J. Majer, Radiochromatographische Bestimmung von Strychnin und Brucin in Strychnostinktur und -extrakt 462
Saslaw, L. D., und V. S. Waravdekar, Colorimetrische Bestimmung von Shikimisäure 307
Sassenberg, W., siehe Wrabetz, K.
Savvin, S. B., siehe Kuznecov, V. I.
Sawabe, S., siehe Oda, N.

Sawicki, E., und W. Elbert, Nachweisreagentien für Glyoxal 295. — Nachweis für polycyclische o-Chinone 307
Sawicki, E., T. W. Stanley und J. Noe, Nachweis für Verbindungen, die eine Cyclopentadien-CH_2-Gruppe enthalten 299
Sazonova, R. N., siehe Gorjaev, M. I.
Scarano, E., und S. Signoretti, Titration schwacher Säuren bei Verwendung einer Aluminiumelektrode 284
Scardaville, P. A., siehe Frieser, R. G.
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Schenk, G. H., und J. S. Fritz, Bestimmung von Phenolen, Aminen und Mercaptanen 302
Scheurlen, P. G., Photometrische Eiweißbestimmung mit Indicatorfarbstoffen 75
Schluter jr., E. C., E. P. Parry und G. Matsuyama, Bestimmung von Schwefel in Petroleumprodukten 151
Schmidt, G., und J. Sowoboda, Bestimmung von freien o- und p-Stellungen in Methyl- und Phenylsulfonylphenolen 302
Schmidt, V., Serumproteinbestimmungen mit dem Abbe-Refraktometer 75
Schneck, E., siehe Schwenk, U.
Schneer, A., Bestimmung von Zirkonium in Rotschlamm 234
Scholes, P. H., und D. V. Smith, Aluminiumbestimmung in eisenmetallurgischen Schlacken 232
Schroeter, L. C., siehe Higuchi, T.
Schühlein, B., siehe Hunold, G. A.
Schütze, M., Bestimmung von Sauerstoff in organischem Material 150
Schulek, E., und P. von Villecz, Bestimmung von Arsen 390. — Siehe auch Barcza, L., sowie Burger, K.
Schwenk, U., H. Hachenberg und E. Schneck, Anwendung von Integratoren in der Gaschromatographie 278
Sechrist, C. N., und H. H. Hammen, Bestimmung von Oxydationsprodukten in Kohlenwasserstoffen 152
Šedivec, V., und J. Flek, Polarographische Bestimmung des Styrols 299
Šejanova, F. R., siehe Korenman, I. M.
Seki, M., siehe Yanagisawa, S.
Serrano-Berges, L., Mikrotitrationen in nichtwäßrigem Medium 285
De Sesa, M. A., siehe Petrow, H. G.
Setty, T. H. V., Trennung von Platin, Palladium, Gold und Kupfer 60
Shankaranarayana, M. L., und C. C. Patel, Iodimetric Estimation of Water-Soluble Dithiocarbamates 263 [Or]
Sharefkin, J. G., und A. Ribner, Qualitativer Nachweis für Olefine 126
Sharma, B., Oxydimetrische Bestimmung von Thallium(I) 371
Shetty, P. S., siehe Subbaraman, P. R.
Shibata, S., Bestimmung von Uran mit 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol 45
Shimasaki, K., S. Shindo und K. Hosoda, Bestimmung von Sauerstoff in Titan 437
Shimoe, D., siehe Sudo, T.
Shindo, S., siehe Shimasaki, K.
Shinozuka, F., und J. T. Stock, Bestimmung von 2,2-Dinitropropan 128
Shukla, R. P., siehe Bhatnagar, R. P.
Sidel'kovskaja, F. P., siehe Šostakovskij, M. F.
Signoretti, S., siehe Scarano, E.
Singer, E. J., siehe Hutterer, F.
Silver, B., siehe Anbar, M.
Silverman, L., und K. Trego, Bestimmung von Bor 43
Silverstone, N. M., und B. B. Bach, Bestimmung von Titan in Hochtemperaturlegierungen 432
Šimková, A., und A. Haller, Stärkebestimmung in Verbandstoffen 457
Singh, E. J., und A. K. Dey, Papierchromatographische Auftrennung von natriumtartrathaltigen Gemischen von Kupfer, Cadmium, Kobalt und Nickel 37
Singh, R. P., und N. R. Banerjee, Bestimmung von Kupfer mit Diphenylthioviolursäure 360
Šišman, E., siehe Vasiliev, R.
Šivetz, M., siehe Zlatkis, A.
Skaar, O. B., siehe Langmyhr, F. J.
Skrube, H., siehe Spitzy, H.
Sljusareva, R. L., siehe Pejzulaev, Š. I.
Smales, A. A., siehe Atkins, D. H. F.
Smirnova, G. K., siehe Lipšic, B. M.
Smith, C. S., siehe Carson, G. B.
Smith, D. M., R. M. Paul, E. G. McGeer und P. L. McGeer, Bestimmung von aromatischen Komponenten im Urin 77
Smith, D. V., siehe Scholes, P. H.
Smith, M. D., M. W. Radomski und J. J. Kagan, Bestimmung von Glucose in Hydrolysaten von Stärke und Polysacchariden 314
Smith, T. D., Colorimetrische Bestimmung von Dialkylphosphiten 129

Smoczkiewiczowa, A., und H. Grochmalicka, Nachweis von Ascorbinsäure und ihren Metaboliten im Harn 78
Šmuljakovskij, Ja. E., Spektralphotometrische Bestimmung von primären und sekundären höheren Alkoholen 290
Smyth, R. B., siehe Przybylski, W.
Sobotka, H., siehe Baker, H.
Socolovschi, R., Bestimmung kleiner Beimengungen von Wismut und Blei in Kupfer 433
Soczewiński, E., siehe Waksmundski, A.
Soep, H., und P. Demoen, Bestimmung von Schwefel 64
Sogani, N. C., siehe Gupta, H. K. L., sowie Mahnot, U. S.
Sokoloski, T. D., siehe Higuchi, T.
Sokolova, E. V., siehe Gusev, S. I.
Šostakovskij, M. F., F. P. Sidel'kovskaja, und T. Ja. Ogibina Refraktometrische Bestimmung von α-Pyrrolidon neben γ-Butyrolacton 308
de Sousa, A., Bestimmung von Chlorid und Jodid nebeneinander 378
Spálenka, M., Bestimmung von Zink in Kupfer 208. — Bestimmung von Antimon in Sulfidablaugen der hydrometallurgischen Behandlung von Kupfer-Antimon-Konzentraten 234
Speichert, H., Quantitative colorimetrische Bestimmung der Lysergsäurederivate im Mutterkorn 67
Spira, H., Halbmikroverfahren zur Untersuchung von Schmierölen 391
Spitzy, H., M. Reese und H. Skrube, Bestimmung von Jod im Blutserum 396
Sprince, H., Nachweis von Indolen auf Papierchromatogrammen 308. — Siehe auch Knowlton, M.
Srinivasan, V. S., siehe Saraiya, S. C.
Stahl, E., Dünnschichtchromatographie 319
Stahl, W. H., W. A. Voelker und J. H. Sullivan, Analyse von Gasen in Lebensmittelverpackungen 135
Stainier, C., C. L. Lapière und B. Rouby, Bestimmung der Komponenten von Alkaloidgemischen 459
Stankoviansky, S., V. Podaný, F. Jasinger und P. Majer, Komplexometrische Calciumbestimmung 39
Stanley, T. W., siehe Sawicki, E.
Stanley, W. L., Bestimmung von Menthylsalicylat in Citronenöl 144
Steinbach, K. J., siehe Täufel, K.
Stewart, G. H., siehe Giddings, J. C.
Steyermark, A., E. A. Bass, C. C. Johnston und J. C. Dell, Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 65
Still, J. E., siehe Powell, R. J.
Stock, J. T., siehe Shinozuka, F.
Stormont, D. J., siehe Nelson, L. B.
Strache, F., Bestimmung von Phosphorwasserstoff-Resten in begastem Getreide 146
Štráfelda, F., und J. Říhová, Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium mit potentiometrischer Endpunktsanzeige 40
Strahm, R. D., und M. F. Hawthorne, Bestimmung von Bor in Borhydriden und Organoborverbindungen 129
Strain, H. H., siehe Tuckerman, M. M.
Strel'nikova, N. P., und V. N. Pavlova, Aluminiumbestimmung in Tellur 216. — Siehe auch Pavlova, V. N.
Streuli, C. A., Titrationen in wasserfreien Lösungen 283. —Titrationskurven von substituierten Phenolen, Naphtholen, Polyphenolen und Sulfonsäuren in Pyridin und Wasser 301
Strickland, R. D., P. A. Mack und W. A. Childs, Bestimmung von Cystin 74
Ströhl, G., Sauerstoffbestimmung an Silberoberflächen 259 [Or]
Strohecker, R., und H. Riffart, Bleibestimmung im Wasser 204
Stronski, I., und W. N. Rybakow, Trennung der Radioisotopen von Antimon, Indium und Zinn durch Ionenaustausch 52. — Trennung von Antimon-124, Tellur-127m und Zinn-113,123 an Ionenaustauschern 52
Stužka, V., J. Kvapil und M. Kuraš, Über die Reaktionsfähigkeit der Amidoximgruppe. XI. Mitteilung 401 [Or]
Subbaraman, P. R., und P. S. Shetty, Verhalten von Pyro- und Tripolyphosphatkomplexen an der Quecksilberelektrode 374
Subbarow, Y., siehe Fiske, C. H.
Sudo, E., siehe Gotô, H.
Sudo, T., D. Shimoe und T. Tsujii, Mikrobestimmung von Schwefel 65
Sugihara, M. ,siehe Yoshino, T.
Suk, V., und N. Malát, Spektralphotometrische Aluminiumbestimmung mit Brenzcatechinviolett 43
Sullivan, J. H., siehe Stahl, W. H.
Sundaram, A. K., siehe Saraiya, S. C.
Sundermann, H., siehe Koch, W.
Surasiti, C., und E. B. Sandell, Rutheniumbestimmung 59

Suter, H., und H. Hadorn, Flammenphotometrische Natriumbestimmung zur Kochsalzanalyse in diätetischen Produkten 136
Svoboda, V., Metallochrome Indicatoren mit 1-(2-Thiazolylazo)-2-naphthol-Struktur 286
Swann, M. H., siehe Esposito, G. G.
Swann, W. B., W. M. McNabb und J. F. Hazel, Amperometrische Titration von Bor mit Fructose 365
Sweet, T. R., siehe Salyer, D.
Swoboda, J., siehe Schmidt, G.
Sympson, R. F., und V. E. Caldwell, Polarographische Reduzierbarkeit des Mangankomplexes mit Äthylendiamindi-(o-hydroxyphenylessigsäure) 379
Synghal, K. N., Turbidimetrische Chloridbestimmung 57
Szalai, L., und S. Szöke, Auswertung von Papierchromatogrammen 279
Szarvas, P., und A. Gergely, Polarographisches Verhalten von Titan(IV) in Ascorbinsäureelektrolyt und Bestimmung von Titan(IV) neben anderen Ionen 48
Szczepaniak, W., siehe Lewandowski, A.
Szewczuk, A., Bestimmung von α-Aminonitrilen 130
Szöke, S., siehe Szalai, L.

Täufel, K., und K. J. Steinbach, Bestimmung von Inulin 135
Tajima, N., und M. Kurobe, Bestimmung von Eisen in Babbitmetall auf Zinnbasis 214
Takahashi, M., Bestimmung reduzierender Zucker durch Rücktitration gegen alkalische Kupferlösung 297
Takashi, T., und S. Miyake, Bestimmung von löslicher Kieselsäure mit Silicomolybdänsäure 48
Takei, S., Di(α-naphthyl)thiocarbazon als Reagens auf Quecksilber(II) und Kupfer(II) 43
Takeuchi, T., siehe Saitō, K., sowie Yoshimori, T.
Talati, A. M., siehe Dave, J. S.
Tanaka, J., Trennung von Strontium, Calcium, Zink und Yttrium durch Chemochromatographie 41
Tanner, H., und H. Rentschler, Nachweis von Hybridentraubensäften und -weinen 310
Tarasjuk, T. S., siehe Bezuglyj, V. D.
Tarladgis, B. G., B. M. Watts, M. T. Younathan und L. Dugan jr., Quantitative Bestimmung von Malonaldehyd in ranzigen Lebensmitteln und in Fleisch 143
Tata, J. R., und A. W. Hemmings, Zentrifugalbeschleunigte Papierchromatographie 121
Tatwawadi, S. V., siehe Deshmukh, G. S.
Tayeau, F., siehe Jensen, R.
Teague, H. J., siehe Carruthers, A.
Terry, E. A., siehe Booth, E.
Thijsen, G., siehe Harberts, C. L.
Thompson, C. J., H. J. Coleman, C. C. Ward und H. T. Rall, Identifizierung organischer Schwefelverbindungen 127
Thompson, M. R., Titrimetrische Bestimmung des Antimons 51
Thorn, G. D., und R. A. Ludwig, Bestimmung von Dinatrium-äthylenbis-dithiocarbaminat und seinen Oxydationsprodukten 393
Thun, R. E., J. Johnson, B. H. Krause und E. A. Meredith, Kinematische Untersuchung der Kristallstrukturumwandlungen mit Debye-Scherrer-Aufnahmen 278
Till, F., siehe Lengyel, B.
Tipper, C. F. H., siehe Cartlidge, J.
Todd jr., P. H., Bestimmung von Lösungsmittelresten in Gewürzölen 138
Tölg, G., siehe Geilmann, W.
Tölgyessy, J., siehe Šaršúnová, M.
Torterat, P., L. Bäcker und E. Herzog, Bestimmung von Sauerstoff im Stahl 443
Trego, K., siehe Silverman, L.
Trémillon, B., siehe Guérin, G., sowie Vedel, J.
Truhaut, R., und C. Boudène, Mikrobestimmung von Quecksilber in biologischem Material tierischen Ursprungs 68
Trusov, G. N., und N. A. Aladžalova, Tritiumbestimmung im Wasser 204
Trutnovsky, H., Schnellbestimmung von Stickstoff 62
Tsubota, H., und Y. Kitano, Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen in Wasser 432. — Bestimmung von Seltenen Erden, Erdalkalien und Alkalien sowie von einigen anderen Elementen im Wasser 431. — Siehe auch Tsuchihashi, S.
Tsuchihashi, S., H. Tsubota und S. Kawase, Analyse optischer Gläser 448
Tsujii, T., siehe Sudo, T.

Tuckerman, M. M., und H. H. Strain, Trennung von Alkalimetallkationen durch Papier-Elektrochromatographie 359. — Siehe auch Klein, S.
Twickler, M. C., siehe Juvet jr., R. S.
Tyou, P., und L. Humblet, Bestimmung von Schwefel in Eisen, Stahl, Kobalt und anderen Metallen 221

Ueno, K., siehe Hayashi, K.
Újhidy, A., Spektrographische Bestimmung von Gallium 48
Underdown, R. E., siehe Belling, G. B.
Uosukainen, M., siehe Hirsjärvi, V. P., sowie Salovius, B.
Urban, P. J., Colorimetry of Sulphur Anions. Part I. An improved colorimetric Method for the Determination of Thiosulphate 415 [Or]. — Colorimetry of Sulphur Anions. Part II. A specific colorimetric Method for the Determination of Trithionate 422 [Or]
Usatenko, Ju. I., und M. A. Vitkina, Bestimmung von Wismut mit ÄDTA in leichtschmelzenden Legierungen 215

Vasiliev, R., E. Şişman, M. Jecu und I. Chialda, Bestimmung der Alkalisalze einiger organischer Säuren durch Titration in nichtwäßriger Lösung 293
Večeřa, M., B. Voláková, M. Kozáková und M. Jurečeк, Identifizierung und Trennung primärer aliphatischer Amine als N-Alkyl-3,5-Dinitrobenzamide 291
Vedel, J., und B. Trémillon, Coulometrische Darstellung einer wasserfreien Perchlorsäurelösung in Acetonitril 283
Vedrenne, G., siehe Blanc, D.
Verma, M. R., R. Dass und P. K. Gupta, Papierchromatographische Bestimmung von α- und β-Naphthol 303
Verma, R. M., und S. Bose, Maßanalytische Bestimmung von Formiaten 294
Versnel, A., siehe Roos, J. B.
Veselá, M., Bestimmung von Blei in Antimonkonzentraten, Rohmaterial und in metallischem Antimon 233
Vetejška, K., Trennung von Thorium von Seltenen Erden 368
von Villecz, P., siehe Schulek, E.
Vishwanath, A. K., siehe Deshmukh, G. S.
Vitkina, M. A., siehe Usatenko, Ju. I.
Vo-Dinh, M., siehe Baudin, G.
Voelker, W. A., siehe Stahl, W. H.
Vogel, J., siehe Monnier, D.
Vojtěch, F., Schnellverbrennungsapparatur für die Elementaranalyse 385
Voláková, B., siehe Večeřa, M.
Volborth, A. H., Abtrennung von Molybdän bei der Analyse von Phosphatmineralien 227
Vol'f, L. A., Verwendung von Natrium-2,3-dimercaptopropansulfonat zur volumetrischen Bestimmung von Zink 362
Vřešťál, J., siehe Kotrlý, S.

Wachsmuth, H., und L. van Koeckhoven, Farbreaktionen von Steroiden 400
Waffenschmidt, K. H., siehe Mahr, C.
Wakamatsu, S., Spektrophotometrische Vanadiumbestimmung mit α-Pyridyl-β-azonaphthol 53. — Trennung und Bestimmung von Niob und Tantal 377
Waksmundzki, A., und E. Soczewiński, Darstellung des Verlaufes von R_f-Werten als Funktion des pH-Wertes 121
Walser, M., Bestimmung von Magnesium in Körperflüssigkeiten mit Eriochromschwarz T 463
Walsh, T. J., siehe Maziekien, I.
Wańtuch, S., siehe Błaszkowicz, J.
Waravdekar, V. S., siehe Saslaw, L. D.
Ward, C. C., siehe Thompson, C. J.
Watanabe, M., siehe Momose, T.
Waters, P. L., Erweiterung der thermogravimetrischen Analyse 122
Watkinson, J. H., Fluorimetrische Bestimmung von Selen 377
Watts, B. M., siehe Tarladgis, B. G.
Wawrzyczek, W., Elektrographie in der analytischen Chemie 123
Webb, M. S. W., siehe Jury, R. V.
Webb, R. J., siehe Jury, R. V.
Weder, G., Methoden der Waschmittelprüfung 159
Weeks, L. E., und J. T. Lewis, Isolierung und Bestimmung von oberflächenaktiven Substanzen in Gemischen mit anderen Stoffen 392
Weiler, J. E., siehe Horner, H. J.
Weiss, H. V., und M. G. Lai, Bestimmung von Barium-140 in Meerwasser 204
Weisz, H., Ringofentechnik 54, 430. — Siehe auch Knödel, W., sowie West, P. W.

WENDER, S. H., siehe DUNLAB, W. J.
WENDLANDT, W. W., Thermisches Verhalten von (Äthylendinitrilo)tetraessigsäure und ihren Derivaten 286
WENGER, P. E., und I. KAPÉTANIDIS, Dissoziationskonstanten der Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure sowie Löslichkeitsprodukte verschiedener Salze 198
WERKHOFEN, C. H. E., siehe MILLER, M. H.
WEST, P. W., H. WEISZ, G. C. GAEKE jr. und G. LYLES, Bestimmung und Nachweis von Verunreinigungen der Luft 430
WESTON, W. J., siehe CARSON, J. F.
WHITE, J. C., siehe APPLE, R. F., sowie Young, J. P.
WIBLIN, W. A., siehe MCCORMACK, J. J.
WIENEKE, A. A., siehe DE LIGNY, C. L.
WILCZOK, T., Ultramikrobestimmung von Stickstoff in biologischem Material 71
WILKINS, D. H., Verhalten und Wirkungsweise fluorescierender Metallindicatoren 200
WILLIAMS, J. P., Übersicht über die Glassorten im chemisch-analytischen Labor 287
WILLIAMS, K. T., siehe POTTER, E. F.
WILSON, C. L., siehe JASIM, F.
WILSON, D. W., siehe ROSS, S. D.
WILSON, I. R., siehe PLOWMAN, R. A.
WILSON, J. R., siehe POTTER, E. F.
WILSON, W. J., Bestimmung von Arsen in präpariertem Holz 390
WINTERSTEIN, A., und B. HEGEDÜS, Nachweis biologisch aktiver Aldehyde auf Papierchromatogrammen 72
WISH, L., Trennung von Tellur(IV) und Uran(VI) 378
WITKOWSKI, H., Papiere zur Anreicherung von anorganischen Ionen 119
WOIDICH, H., H. GNAUER und O. RIEDL, Nachweis von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 317
WOIWOD, A. J., Aufbewahrung von Papierchromatogrammen, die mit Ninhydrin entwickelt worden sind 121
WOLFROM, M. L., und G. P. ARSENAULT, Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazinderivate von hochoxydierten Carbonylverbindungen 133
WOOD, D. F., und H. A. NICHOLLS, Bestimmung von Bleispuren in Zirkonium 438
WOOD, R., Bestimmung von Hexachlorcyclohexan-Rückständen in Lebensmitteln 147
WOODWARD, T., Bestimmung von Sabadilla-Alkaloiden 461
WRABETZ, K., und W. SASSENBERG, Die gaschromatographische Analyse von Phenol-Kresol-Xylenol-Gemischen unter besonderer Berücksichtigung des o-Kresolgehalts in Trikresylphosphat 333 [Or]
WRIGHT, H. N., siehe HAMMOND, P. B.
WROŃSKI, M., Mercurimetrische Titration von Thiosulfat und Sulfid in Gegenwart von Dithionit 350 [Or]

YAMAGATA, N., und T. YAMAGATA, Radiochemische Bestimmung von Caesium-137 in menschlichem Gewebe und in Organen sowie Nahrungsmitteln, radioaktiven Abfällen und ähnlichem Probematerial 238
YAMAGATA, T., siehe YAMAGATA, N.
YANAGIHARA, T., N. MATANO und A. KAWASE, Bestimmung von Kupfer, Zink, Kobalt und Eisen in hochreinem Chrom 216
YANAGISAWA, S., und M. SEKI, Schnellbestimmung von Gasen in Metallen 206
YANAGISAWA, S., M. SEKI, Y. HASHIMOTO und S. NAKAMURA, Mikroanalytische Vakuumschmelzapparatur zur Bestimmung von Gasen in Metallen 206
YASHPHE, J., Y. S. HALPERN und N. GROSSOWICZ, Bestimmung von Hydroxylamin und β-Aspartylhydroxamat nebeneinander 133
YASUDA, S. K., und R. N. ROGERS, Bestimmung von Bor in organischen Borverbindungen 386
YASUMORI, Y., und T. EGUCHI, Bestimmung von Kupfer durch Square-Wave-Polarographie 360
YOE, J. H., siehe HOLCOMB, H. P.
YOKOSUKA, S., und H. MORIKAWA, Elektrolytische Abscheidung von Kobalt 382
YONEYAMA, Y., siehe MAEKAWA, S.
YOSHIMORI, T., und T. TAKEUCHI, Bestimmung von Bor 43
YOSHINO, T., und M. SUGIHARA, Trennung von Scopolamin, Homatropin und Atropin durch Ionenaustauscher-Chromatographie 461
YOUNATHAN, M. T., siehe TARLADGIS, B. G.
YOUNG, J. P., und J. C. WHITE, Absorptionsspektren von Metallfluoriden in der Schmelze 56

Zachariasen, H., und F. E. Beamish, Analytische Methoden zur Bestimmung von Pt, Ir, Rh, Ru, Pd, Au und Ag in Erzkonzentraten 228
Zaikovskij, F. V., und V. S. Bašmakova, Abtrennung von Seltenen Erden aus Mineralien 226
Zemany, P. D., Röntgenanalyse und chemische Bindung 116
Zlatkis, A., und H. R. Kaufman, Verwendung von Capillarsäulen zur Gaschromatographie 119
Zlatkis, A., und M. Sivetz, Analyse der flüchtigen Stoffe aus Kaffee 316
de Zotti, G., P. Capella und C. Jacini, Papierchromatographie der Sterine 78
Zubrzycki, Z. J., siehe Budzyński, A. Z.
Zwierzykowski, W., siehe Niewiadomski, H.
Zýka, J., siehe Korondán, I.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abfallmaterial, Bestimmung von Caesium-137 in radioaktivem Abfallmaterial 238
γ-Absorptiometer, für Laboranalysen der schweren Elemente 124
Abwasser, Bestimmung von Cyanid 371
Acetamide, Titrationskurven α-substituierter Acetamide in Pyridin und Wasser 302
Acetat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Acetatpuffer, zur Papierchromatographie anorganischer Anionen 280
Acetessigsäure, Bestimmung im Blut 396
8-Acethydroxychinolin, Reagens zur Fällung von Metalloxinaten und Darstellung 126
Acetol, Abtrennung des Monohydrazons 134
Aceton, Bestimmung in Gewürzölen 138; im Blut 396; Einfluß auf die Anregung von Natrium bei der Flammenphotometrie 277
Acetonitril, coulometrische Darstellung wasserfreier Perchlorsäurelösung in Acetonitril 283
Acetylaceton, Maskierungsmittel bei der Bestimmung von Zink, Blei oder Wismut 42
Acetylcholesterin, Abtrennung 78
Acetylcodein, Nachweis 320
Acetyldiphenylamin, Nachweis 304
Acetylergosterin, Abtrennung 78
Acetylmorphin, Nachweis 320
Acetylsalicylsäure, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Acetylsitosterin, Abtrennung 78
Acidität, Bestimmung in 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 158
Acridin, zur Trennung von Niob und Tantal 377
Acrylfasern, Bestimmung des löslichen Eisens in mit Titandioxid nichtglänzend gemachten Acrylfasern 154
Addukte, Untersuchung durch Diffraktionsanalyse 277
Adrenalin, Bestimmung in Gegenwart von Abbauprodukten 67
ÄDTA, zur Bestimmung von Quecksilber(II) 364; Reaktion mit Plutoniumionen 370; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
ÄDTA-Titrationen, Verwendung von Fluorescenzindicatoren 200
ÄDTE, thermisches Verhalten 286
Äpfelsäure, Abtrennung 298
Äquilibrierung, Einfluß auf die Laufmittelgeschwindigkeit in der Papierchromatographie 279
Äthan, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffen 391
Äthanolaminphosphat, elektrophoretische Abtrennung 398
Äther, Identifizierung und Trennung von Äthern 290; Bestimmung funktioneller Gruppen 288
Ätherische Öle, Bestimmung in Fenchel, süßem Fenchel, Anis und Sternanis 457
Äthinyloestradiol, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 67
Äthoxychin, Bestimmung in Nahrungs- und Futtermitteln 318
p-Äthoxychrysoidin, zum Nachweis von Selenat neben Selenit 54
N-Äthyl-4-aminocarbazol, Nachweis 305
Äthyl-p-benzochinon, R_f-Wert 307
N-Äthyl-4-diäthylaminocarbazol, Nachweis 305

3-Äthyl-10,3′-dimethylamino-2′-methylpropyl-phenothiazinhydrochlorid, Nachweis im tierischen Gewebe 77
Äthyl-N,N-diphenylcarbaminat, Nachweis 304
Äthyl-N,N-di-n-propylthiocarbaminat, Bestimmung in Früchten und Boden 158; in Kartoffeln 159
Äthylen, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffen 391
Äthylendiamindi-(o-hydroxyphenylessigsäure), Reduzierbarkeit des Mangankomplexes 379
Äthylendiamintetraessigsäure, siehe ÄDTA sowie ÄDTE
Äthylendichlorid, Bestimmung in Gewürzölen 139
Äthylenthioharnstoff, Bestimmung 393
Äthylenthiuram-Monosulfid, Bestimmung 393
N-Äthylguanidinderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
Äthyl-methylketon, Lösungsmittel zur Titration schwacher Säuren 197
Äthylphenole, Retentionsvolumina 337
Age Rite Spar, Bestimmung 394
Aktivkohle, Bestimmung von Zink 42
Alanin, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387
β-Alanin, elektrophoretische Abtrennung 398
Aldehyde, Isolierung höherer Fettaldehyde 73; Bestimmung in Lebensmitteln 142; in der Luft 202; Nachweis biologisch aktiver Aldehyde auf Papierchromatogrammen 72
Alizaringelb R, zur Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen und Stahl 220
Alizarin-3-sulfonat, als Farbreagens 30
Alkalimetalle, Mechanismus der gegenseitigen Beeinflussung in der Flammenphotometrie 276; papierchromatographische Abtrennung 122; Trennung durch Papierelektrochromatographie 359; Bestimmung und Trennung in Wasser 431, 432
Alkali-Pyridinreaktion, als Grundlage zur Bestimmung chlorierter aliphatischer Kohlenwasserstoffe 81
Alkalische Erden, Abtrennung von Antimon(V) 91
Alkali-Spaltprodukte, bei der Identifizierung von Flavon-Aglykonen 305
Alkaloide, Identifizierung und Strukturbestimmung 197
Alkaloidgemische, Bestimmung der Komponenten 459
Alkohole, Bestimmung von primären und sekundären Alkoholen 289, 290; Bestimmung sekundärer Alkohole durch Überführung in Ketone 289; Identifizierung und Trennung mehrwertiger Alkohole 290; Bestimmung funktioneller Gruppen 288
Alkoholische Getränke, Bestimmung von Kupfer 311
Alkoxyglyceride, Identifizierung in Fischleberölen 312
Alkyl-dimethyl-benzylammoniumchlorid, Bestimmung von Chlorid 388
N-Alkyl-3,5-dinitrobenzamide, zur Identifizierung und Abtrennung von Aminen 291
Alkylhalogenide, Charakterisierung mit Fluoren-9-carbonsäuremethylester 288
Allylchlorid, Bestimmung 132
Aluminium, Reaktion mit Methylfluoron 181; capillares Verhalten wäßriger Aluminiumlösungen 198; Bestimmung 123; mit Brenzcatechinviolett 43; komplexometrische Bestimmung 382; Abtrennung 281; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in hochgereinigtem Magnesium 434; Abtrennung aus Aluminium-Plutonium-Legierungen 211; Bestimmung in Tellur 216; in Stahl 220; in Nickel 439; in eisenmetallurgischen Schlacken 232; im Glas 448; in reinen Säuren 237; Einfluß auf die Calciumbestimmung 9; auf die Cerbestimmung mit Tiron 368; auf die Bestimmung von Stickstoff im Stahl 442; Bestimmung von etwa 40 Elementen in durch Zonenschmelze gereinigtem Aluminium 211; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Eisen in Aluminium 226
Aluminiumchlorid, Einfluß auf die Kaliumbestimmung 413
Aluminiumelektrode, Verwendung bei der Titration schwacher Säuren 284
Aluminiumgewinnung, Bestimmung von Calcium im Reduktionsbad 449
Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Zink 42, 433
Aluminiumoxid, Feststellung der Temperatur, die zum Glühen von Aluminiumoxid notwendig ist 43; Einfluß auf die Calciumbestimmung 10; selbstregistrierende spektrochemische Bestimmung von Fluor in Aluminiumoxid 231
Aluminiumoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126

Aluminium-Plutoniumlegierungen, Abtrennung von Aluminium 211
Ameisensäure, Oxydation an der Platinelektrode 284; Bestimmung in Säurechloriden 132
Amidosulfonsäure, zur Fällung von Bleisulfat aus homogener Lösung 214
Amidoxime, Reaktion mit Metallionen 401
Amidoximgruppe, Reaktionsfähigkeit 401
Amidstickstoff, Bestimmung in Proteinen 398
Amine, Nachweis und Identifizierung 291; Nachweis von primären und sekundären Aminen 292; infrarotspektroskopische Unterscheidung von primären, sekundären und tertiären Aminen sowie ihren Assoziaten 292; Bestimmung 302; Trennung aliphatischer Amine als N-Alkyl-3,5-Dinitrobenzamide 291; Bestimmung in der Milch 328
3-(2-Aminoäthyl)-indol, Bestimmung 308
4-Aminoantipyrin, zur photometrischen Bestimmung von Phenol 301
o-Aminobenzaldehyd-äthylendiimin, zur Bestimmung von Kupfer und Nickel im Stahl 219; zur Bestimmung von Nickel 58
m-Aminobenzoesäure, Reagens auf Osmium 13
p-Aminobenzoesäure, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Aminoguanidinderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
β-Aminoisobuttersäure, Abtrennung 398
Amino-J-Säure, Reagens auf Naphthole 304
α-Aminonitrile, colorimetrische Bestimmung 130
Aminosäuren, Einwirkung von salpetriger Säure 387; papierchromatographische Untersuchung 280; Beurteilung der Fehler von mit Ninhydrin entwickelten Chromatogrammen 73; Papierelektrophorese bei niederer Spannung 398; Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 285; Abtrennung 281, 297; Bestimmung neben Arginin 398; Bestimmung in der Milch 328; Nachweis in Proteinhydrolysaten 73; Entfernung bei der Betainbestimmung 312
Aminostickstoff, anomale Reaktion bei der Bestimmung in Sulfonsäureamiden 387; Bestimmung in der Milch 327
2-Aminothiophenol, Nachweisreagens für Glyoxal 295
Aminoverbindungen, toxikologische Erkennung 320
Aminsulfate, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Ammoniak, Vorbehandlung von Blut zur Ammoniakanalyse 71
Ammoniakstickstoff, Bestimmung in der Milch 328; im Wein 310
Ammonium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Verhalten an der Quecksilbertropfkathode 373
Ammoniumhalogenide, Bestimmung quaternärer Ammoniumhalogenide in nichtwäßrigem Medium 286
Ammonium-12-molybdophosphat, Verwendung zur Konzentrierung von Spaltprodukten in Wasser 203
Ammoniumsalze, Chloridbestimmung in quaternären Ammoniumsalzen 388; Bestimmung der Salze von Carbon- und Nichtcarbonsäuren 294
Ammonolyse, bei der Pyrolyse 198
Amöbenprotein, Untersuchung 75
Amperometrie, Redoxtitrationen an Platinelektroden 284; Titrationen mit ÄDTA an Hg- und Cu-Indicatorelektroden 282
Amphetaminsulfat, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Amyl-cyclohexylsulfid, Nachweis 127
Analysen, durch dielektrische Messungen 282; Anwendung der Elektrographie 123; Bestrebungen und Richtlinien der organischen Analyse 287; Anwendung der Diffraktionsanalyse in organischen Verbindungen 277; Fehlerberechnung und Vertrauensgrenzen indirekter Analysen 266; Trennungen mit Hilfe von Sulfiden 91; Diphenylcarbazon als interner Indicator bei der volumetrischen Analyse 18; Beiträge zur Analyse der Platinmetalle 21
Anethol, Absorptionsmaximum 457
Anhydritproben, Bestimmung von Zink und Cadmium 228
Anilin, Nachweis 127; Bestimmung in Gemischen 119; in der Luft 203
Anionen, qualitative Analyse 197; papierchromatographische Untersuchung mit Acetatpuffern 280; papierelektrophoretische Abtrennung 281
Anionenaustauscher, zur Aussalzchromatographie organischer Stoffe 280
Anis, Bestimmung der ätherischen Öle 457
Anorganische Beimengungen, Bestimmung in organischen Verbindungen 160

Anorganische Ionen, chromatographische Trennung auf Cellulose 122
Anorganische Stoffe, Migrationsanalyse 278
Anstrichmittel, Bestimmung von Hexachlor-endomethylentetrahydrophthalsäure in schwerverbrennbaren Anstrichmitteln 395
Anthrachinonkalium-α-sulfonat, Analyse 135
Anthrachinonsulfonsäuren, Analyse 135; Bestimmung durch Überführung in Chloranthrachinon 135
Anticholinesterasewirkung, Zusammenhang mit dem Solaningehalt in Kartoffeln 141
Antimon, Standard bei der Bestimmung verschiedener Stoffe in Silicaten 224; photometrische Bestimmung mit Methylfluoron 175; titrimetrische Bestimmung 51; Abtrennung der Radioisotopen 52; oscillopolarographischer Nachweis in Gemischen 375; Bestimmung in Legierungen 216; in Reinsilicium 212; in Siliciumcarbid 440; in Wolframerzen 228; in Sulfidabfalllaugen der hydrometallurgischen Behandlung der Kupfer-Antimon-Konzentrate 234; Bestimmung von Blei in Bleilegierungen mit Antimon 214; von Blei in metallischem Antimon 233
Antimon-124, Abtrennung durch Ionenaustausch 52
Antimon(V), Abtrennung von alkalischen Erden 91
Antimonkonzentrate, Bestimmung von Blei 233
Antimon-Kupferkonzentrate, Bestimmung von Antimon in Sulfidabfalllaugen 234
Antimonlegierungen, Analyse 215
Antioxydans 5, Bestimmung 394
Antioxydantien, Trennung und Nachweis 394; Bestimmung phenolischer Antioxydantien 393; Nachweis in Kautschukansätzen 154
Apfelsinen, Bestimmung von Teerfarbstoffen 147
Apiezon L, feste Phase beim gaschromatographischen Nachweis von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 317
Arabinose, R_f-Wert und Farbreaktion 429
Arecolinhydrobromid, Bestimmung in Alkaloidgemischen 459
Arginin, elektrophoretische Abtrennung 398; Bestimmung neben anderen Aminosäuren 398; papierchromatographische Reinheitsprüfung 398
Aromatische Komponenten, Bestimmung im Urin 77
Arsen, Reaktion mit Methylfluoron 181; oscillopolarographischer Nachweis in Gemischen 375; Bestimmung in Siliciumcarbid 440; in Wolframerzen 228; in präpariertem Holz 390; im biologischen Material 375
Arsen(III), Oxydation an der Platinelektrode 284
Arsen(V), Reduktion an der Platinelektrode 284
Arsenat, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; Abtrennung 280; Bestimmung von Arsenit und Arsentrioxid neben Arsenat 51
Arsenazo, zur Bestimmung von Thorium im Monazitsand 226; zur Bestimmung von Uran 368
Arsenit, R_f-Wert 280; Abtrennung 280; Bestimmung in Gegenwart von Arsenat 51
Arsentrioxid, Bestimmung in Gegenwart von Arsenat 51
3-(2-Arsonophenylazo)-4,5-dihydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure, zur Bestimmung von Uran 368
Aryläther, Bestimmung von alkylierten Aryläthern des Polyoxyäthylens 393
Arylsulfone, polarographisches Verhalten 300
Arylsulfoxide, polarographisches Verhalten 300
Arzneimittel, Identifizierung und Strukturbestimmung 197; Bestimmung von 2-Naphthylamin 458
Ascorbinsäure, Leitelektrolyt zur Bestimmung von Titan(IV) 48; Nachweis im Harn 78; Einfluß auf die Antimonbestimmung 185; Einfluß von Flavonoiden auf die Bestimmung mit 4-Methoxy-2-nitranilin 145
L-Ascorbinsäure, Nachweis 317
Ascorbinsäuremetabolite, Nachweis im Harn 78
Asparaginsäure, papierchromatographische Bestimmung 280; Abtrennung 298; elektrophoretische Abtrennung 398
β-Aspartylhydroxamat, Bestimmung von Hydroxylamin neben β-Aspartylhydroxamat 133
Atemluft, Bestimmung von Sauerstoff und Kohlendioxid 202
Atmosphäre, Bestimmung von Cyanwasserstoff 371
Atropin, Abtrennung 461
Aussalzchromatographie, organischer Stoffe an Kationen- und Anionenaustauschern 280

Austauscher, zur Aussalzchromatographie von organischen Stoffen 280
Autunit, Abtrennung von Molybdän 227
Azobutyronitril, Analyse 154
Azofarbstoffe, zur Bestimmung von Calcium 361; Farb- und Fluorescenzreaktionen mit Gallium 46
Azoverbindungen, Bestimmung von organischen Azoverbindungen 128

Babbitmetall, Bestimmung von Eisen 214
Bäder, Bestimmung von Gallium und Indium in glycerinhaltigen galvanischen Bädern 237
Barbiturate, Nachweis und Isolierung 319
Barbitursäure, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
Barbitursäurepräparate, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Barium, Reaktion mit Methylfluoron 181; capillares Verhalten wäßriger Bariumlösungen 198; flammenphotometrische Bestimmung kleiner Mengen 41; Abtrennung 281; saubere radiochemische Trennung 361; Bestimmung neben Quecksilber 364; Anreicherung in Wasser 204; Abtrennung in Wasser 432; Bestimmung im Glas 236, 448; Bestimmung von Calcium neben Barium 20
Barium-140, Bestimmung in Milch 142; im Meerwasser 204
Basen, photometrische Titration in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 118
Batylalkohol, Bestimmung 313
Benzalchlorid, Bestimmung 132
Benzhydroxamsäure, zur Bestimmung von Uranylionen 46
Benzidin, Bestimmung 305
o-Benzidin, Bestimmung 305
Benzin, Bestimmung der aromatischen Kohlenwasserstoffe 152
p-Benzochinon, R_f-Wert 307
p-Benzochinone, Trennung natürlich vorkommender p-Benzochinone 307
Benzoesäure, Bestimmung der Lithium- und Natriumsalze 293; Titration des Natriumsalzes in nichtwäßriger Lösung 285; Bestimmung in Margarine und Butter 137
Benzol, Bedingungen der gravimetrischen Bestimmung 298; Bestimmung in der Luft 431; Bestimmung anderer Kohlenwasserstoffe in Benzol 153
m-Benzoldisulfonylchlorid, Bestimmung 128
Benzthiophen, Nachweis 127
Benztriazol, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
Benzylchlorid, Bestimmung 132
Bernsteinsäure, Abtrennung 298
Bernsteinsäure-diäthylenglykol-polyester, feste Phase beim gaschromatographischen Nachweis von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 317
Beryllium, Reaktion mit Methylfluoron 181; Bestimmung mit radioaktiv markierter Kobalthexamminlösung 39; spektrochemischer Nachweis in der Luft 201; spektralphotometrische Bestimmung in Luft und Staub 202; Bestimmung in Laboratoriumsluft 201; in reinen Säuren 237; Bestimmung von Spuren Kupfer 210; von Molybdän 210; von Eisen 209
Berylliumfluorid, Bestimmung von Thorium 454
Berylliumoxid, Bestimmung von Spuren Kupfer 210; von Molybdän 210; von Eisen 209
Beschleuniger, Nachweis in Kautschukansätzen 154
Bestäubungsmittel, Bestimmung von DDT 158
Betain, Entfernung der bei der Betainbestimmung in Zuckerrübensaft und Pflanzenmaterial störenden Ionen 312
Biochemische Probleme, papierchromatographische Untersuchung 121
Biologische Flüssigkeiten, Nachweis von Pantothensäure 79
Biologisches Material, papierchromatographische Analyse 120; Bestimmung von Quecksilber 68; von Thallium 240; von Cyanid 371; von Stickstoff 71; von Arsen 375; Nachweis von Trichloräthylen 82; von Siliconen 317; Bestimmung von Fettsäuren als Methylester 397; Nachweis und Isolierung von Barbituraten 319; Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 80; der reversibel oxydierbaren Formen von Thiamin in tierischem Gewebe 400
(Bis-β-chloräthyl)-formaldehydacetal, Untersuchung 156
1,4-Bis[2-(5-phenyloxazolyl)]-benzol, zur Analyse von Niob-Zirkonium-Gemischen 50
Biuret, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
Biuretreaktion, zur Bestimmung von Kupfer und Gelatine nebeneinander 295
Blei, Reaktion mit Methylfluoron 182; mit Amidoximen 402; Verhalten von

Phosphatkomplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374; komplexometrische Bestimmung mit Xylenolorange als Indicator 42, 375; Abtrennung 281; Bestimmung neben Zink oder Wismut 42; neben Quecksilber 364; neben Wismut 376; Abtrennung von Wismut mit Alkalilauge und ÄDTA 52; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Wasser aus öffentlichen Versorgungsleitungen 204; in Kupfer und Messing 433; in Zinnlegierungen 436; von Spuren in Zirkonium 438; in Zirkonium und seinen Legierungen 438; in Antimonkonzentraten, Rohmaterial und metallischem Antimon 233; in Nickel 439; in Silicaten 224; in Wolframerzen 228; in Glas 448; in Zinksulfat 246; in Uransalz 450; in Siliciumcarbid 440; in metallischen Spielzeugfarben 237; in reinen Säuren 237; in Rinderblut und -leber 70; Entfernung bei der Cadmiumbestimmung 389; Bestimmung von Eisen in Blei 226

Bleiacetat, zur Titration von Schwefelwasserstoff und Mercaptanen in Gasen 203

Bleilegierungen, Analyse 214; Bestimmung von Kupfer 436

Bleioxinat, Fällung aus homogener Lösung 126

Bleisulfat, Fällung aus homogener Lösung 214

Blei-Zinn-Lötmetall, Bestimmung von Zinn 214

Blut, Bestimmung von Blei 70; der CO_2-Spannung 240; Vorbehandlung zur Ammoniakanalyse 71; Bestimmung von Ketokörpern 396; Nachweis von Chloralhydrat und Chloroform 82; Bestimmung von Phenylalanin 74; von Zucker 76, 399

Blutplasma, Bestimmung von Calcium in heparinisiertem Blutplasma 239; von Stickstoff 71

Blutserum, Papierelektropherogramme 324; Bestimmung von Sulfat 72; von Jod 396; von Proteinen und Glucoproteiden 76

Blutzucker, Bestimmung 76

Boden, Bestimmung von Mg, Ca, Na und K 229; Nachweis von CCl_4 und $CHCl_3$ 82; Bestimmung von Pentosan 455; von EPTC 158

Bodenflüssigkeiten, Untersuchung von Stoffwechselprodukten durch Papierchromatographie 238

Bor, Reaktion mit Methylfluoron 181; Bestimmungsmethode 43; amperometrische Titration mit Fructose 365; Bestimmung in metallischem Uran 43; in organischen Borverbindungen 386; in Borhydriden und Organoborverbindungen 129; in pflanzlichem Material 148

Borat, R_f-Wert 280; Bestimmung 197

Borhydride, Bestimmung von Bor 129

Borneol, Bestimmung in Thymianöl 458

Borsäure, Einfluß auf die Elution von Ionen in Glas 449

Borverbindungen, Bestimmung von Bor in organischen Borverbindungen 386

Brandsporen, Bestimmung in Weizen 140

Branntwein, Bestimmung von Kupfer 311

Brenzcatechin, R_f-Wert und Farbreaktionen 357

Brenzcatechinviolett, bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 395; zur Bestimmung von Aluminium 43

Bromat, Bestimmung 197; Abtrennung 282; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184

Bromid, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; chromatographische Bestimmung 120; Abtrennung 282; Einfluß auf die oxydimetrische Bestimmung von Thallium(I) 371; auf die Antimonbestimmung 184; auf die Bestimmung von Pt, Pd und Au 60; Bestimmung von Jodid neben Bromid 379

N-Bromsuccinimidlösung, zur Bestimmung von Arsenit und Arsentrioxid neben Arsenat 51

Bronzen, Bestimmung von Blei 214

Brucin, Bestimmung in Tinkturen und Extrakten 462

2-Butanol, Bestimmung 290

Butanon, Abtrennung durch Austauschchromatographie 280

p-Butoxydiphenylamin, Nachweis 305

Butter, Bestimmung der fettfreien Trockenmasse 313; von Benzoesäure und Sorbinsäure 137

Butterfett, Bestimmung der Jodzahl nach Wijs 313

4,4′-Butyliden-bis(3-methyl-6-tert.-butylphenol), Bestimmung 394

n-Butyltitanat, Bestimmung von Titan 453

Butyltoluole, Bestimmung der tertiären Butyltoluole 299

γ-Butyrolacton, Bestimmung von α-Pyrrolidon 308

Cadmium, Reaktion mit Methylfluoron 181; mit Amidoximen 402; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; indirekte, maßanalytische Bestimmung 362; Bestimmung mit Kaliumhexacyanoferrat(II) 362; papierchromatographische Abtrennung aus natriumtartrathaltigen Gemischen 37; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung von Spuren in Uran 389; Bestimmung in Nickel und Kobalt 218; in synthetischen Anhydritproben 228; in Uransalz 450; Bestimmung von Quecksilber neben Cd 365
Cadmium-115m, Bestimmung in der Leber von Fischen 238
Cadmiumoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Caesium, Bestimmung 360; Analyse in Gemischen 451; Beeinflussung bei der flammenphotometrischen Bestimmung 276; papierelektrophoretische Abtrennung 359; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung in Wasser 431; Abtrennung in Wasser 432
Caesium-137, Abtrennung 453; Bestimmung in Milch 142; in verschiedenen Organen, Nahrungsmitteln und ähnlichem Probematerial 238
Calcein, zur Bestimmung von Calcium 199; Verhalten und Wirkungsweise 200
Calcium, Reaktion mit Methylfluoron 181; capillares Verhalten wäßriger Calciumlösungen 198; Bestimmung 200; Anwendung von Strontium als Standard bei der flammenphotometrischen Calciumbestimmung 1; komplexometrische Bestimmung 39; komplexometrische Bestimmung mit potentiometrischer Endpunktsanzeige 40; Bestimmung mit Calcein 199; mit Diphenylcarbazon als Indicator 18; Bestimmung durch Fällung mit 8-Hydroxychinolin und Kupplung zu Azofarbstoffen 361; Abtrennung 41; Bestimmung neben Magnesium 40; Trennung von Strontium durch Ionenaustausch in Gegenwart von ÄDTA 41; Bestimmung neben Barium und Magnesium 20; Abtrennung in Wasser 432; Bestimmung in technischen Produkten 9, 10; im Boden 229; in Hüttenkalk 225; in Glas 236, 448; in Viehfutter 156; in reinen Säuren 237; im Reduktionsbad zur elektrolytischen Aluminiumgewinnung 449; in Körperflüssigkeiten 463; im Serum 395; flammenphotometrische Bestimmung in heparinisiertem Blutplasma oder in phosphathaltigen Eiweißlösungen 239; Einfluß auf die Bestimmung von Nukliden in Milch 142; Bestimmung von Eisen neben Calcium 381
Calciumchlorid, Bestimmung in Flußmittelsalzen 236; Einfluß auf die Kaliumbestimmung 413
Calciumtetraphenyloborat, zur direkten Bestimmung von Kalium 99
Calcium-Uranylphosphat, Abtrennung von Molybdän 227
Calcon, Indicator zur Calciumbestimmung 40
Camphen, Schnellbestimmung 320; Bestimmung in Citronenöl 458
d-Camphen, Bestimmung in Thymianöl 458
Capillar-Gaschromatographie, zur Strukturbestimmung organischer Verbindungen 196
Capillarsäulen, Verwendung zur Gaschromatographie 119
Carbazol, Nachweis 304
Carbide, Bestimmung in Chrom-Molybdän-Vanadium-Stählen 218; Bestimmung von Kobalt in gesinterten Carbiden 231
Carbonat, Bestimmung 197; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Carbonatmethode, zur Bestimmung von Kationen auf Papierchromatogrammen 120
Carbonsäurechloride, Bestimmung des effektiven Säurechloridgehaltes 132
Carbonsäuren, Titration 197; Bestimmung in Säurechloriden 132; Bestimmung der Alkalisalze 294
Carbonylverbindungen, Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazinderivate 133; Identifizierung flüchtiger Carbonylverbindungen in Cheddarkäse 143
Carboxylgruppen, Bestimmung in regenerierten Huminsäuren 149
Carboxylsäuren, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Carvacrol, Bestimmung in Thymianöl 458
Casein, Untersuchung 75; Papierelektropherogramme 324; Bestimmung in der Milch 325; Gehalt der Milch 322
Caseinstickstoff, Bestimmung in der Milch 325
Cer, Reaktion mit Methylfluoron 181; Löslichkeitsprodukt des Salzes mit Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure 198; Tüpfelnachweis 368; photo-

metrische Bestimmung 367; Abtrennung 367; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung in Wasser 431; in Gemischen 366
Cer-144, Abtrennung 453; Bestimmung in Uranspaltprodukten 453
Cer(IV), Extraktion und colorimetrische Bestimmung 44
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Pantothensäure 79
Cheddarkäse, Bestimmung flüchtiger Carbonylverbindungen 143
Chelatometrie, Verwendung von Fluorescenzindicatoren 200
Chemische Bindung und Röntgenanalyse 116
Chemochromatographie, zur Trennung anorganischer Ionen 41
Chimylalkohol, Bestimmung 313
Chinidinsulfat, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Chininsulfat, Titration in nichtwäßriger Lösung 66; Messungen der Fluorescenzintensität in verschiedenen Lösungen 170; als Fluorescenzstandard 170; Fluorescenz in wäßrigen Lösungen 352; Beeinflussung der Fluorescenz in wäßrigen Lösungen durch Halogenionen 406
o-Chinone, Nachweis polycyclischer o-Chinone 307
Chlor, Bestimmung in 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 158; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Chloralhydrat, Nachweis 82; im Blut 82
Chloramin T, jodometrische Bestimmung 305
o-Chloranilin, Bestimmung in Gemischen 119
Chloranthrachinon, bei der Bestimmung von Anthrachinonsulfonsäuren 135
Chlorat, Bestimmung 197; Abtrennung 282
Chlorhydrine, Identifizierung und Trennung von Chlorhydrinen 290
Chlorid, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; chromatographische Bestimmung 120; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 285; turbidimetrische Bestimmung 57; Abtrennung 282; Bestimmung neben Jodid 378; Bestimmung in Uranylsulfatlösungen 451; in quaternären Ammoniumsalzen 388; in Serum und Harn 464; im Magensaft 396; Einfluß auf die Bestimmung von Pt, Pd und Au 60; Bestimmung von Jodid neben Chlorid 379
Chloride, Bestimmung primärer organischer Chloride 132
Chloridhaltige Lösungen, Bestimmung von Gold, Platin und Palladium mit Phenanthrolin 38
Chlorionen, Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat durch Chlorionen 352
Chloroform, pyrolytische Reaktionen 198; Nachweis 82, 89; in der Luft 82; in der Luft und im Boden 81; im Blut 82
Chloroxlösungen, zur Bestimmung der Jodzahl in Fetten und Ölen 137
Cholesterin, Abtrennung 78
Cholin, Entfernung bei der Betainbestimmung 312
Chrom, Reaktion mit Methylfluoron 181; Bestimmung in Mehrkomponentensystemen 118; Analyse in Gemischen 451; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Zirkonium und seinen Legierungen 438; in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in Nickel 439; in Silicaten 224; in Wolframerzen 228; in reinen Säuren 237; Einfluß dritter Partner bei der spektrochemischen Lösungsanalyse komplexer Gemische 382; Bestimmung von Kupfer, Zink, Kobalt und Eisen in hochreinem Chrom 216; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207
Chrom(VI), Reduktion an der Platinelektrode 284
Chromat, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; Abtrennung 282
Chromatographie, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278; Trennung anorganischer Ionen durch Chemochromatographie 41; Aussalzchromatographie organischer Stoffe an Anionenaustauschern 280; Kieselgelschicht-Chromatographie zur Bestimmung von Zucker 427; Trennung von Phenolen und Phenolcarbonsäuren an Kieselgelschichten 355; Verwendung der Dünnschichtchromatographie in der Toxikologie 319
Chromatographiersäulen aus Silicagel, Adsorption und Desorption von organischen Verbindungen 119
Chrom-Molybdän-Vanadium-Stähle, Analyse der Gefügebestandteile 218; Bestimmung von Wasserstoff 440
Chrom-Nickelstahl, Bestimmung von Kobalt 223
Chromschichten, Messung auf Metallen 217
5,6-Chrysenchinon, Nachweis 307
Cineol, Absorptionsmaximum 457

Citrat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Citronenöl, Analyse 458; Bestimmung von Menthylsalicylat 144
Citronensäure, Abtrennung 298
Citrus Red Nr. 2, Bestimmung auf Orangen 147
Coconyl-diäthanolamid, Charakterisierung 392
Codein, Identifizierung 461; Bestimmung 319; Trennung von α- und β-Monoacetylmorphin 320
Codethylin, Identifizierung 461
Coffein, Bestimmung 460
Crack-Katalysatoren, Bestimmung von Platin 230
p-Cumarsäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Cumarsäuren, R_f-Wert 306
Cuminylchlorid, Bestimmung 132
Cuminylidenchlorid, Bestimmung 132
Cyanamid, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
Cyanid, Bestimmung 197; photometrische Bestimmung geringer Mengen 371; Bestimmung in Abwässern 371; in biologischem Material 371; Bestimmung von Eisen(II)-cyaniden neben Cyaniden 381
Cyanoferrate, R_f-Werte 280
Cyanoferrat(II)-methode, zur Bestimmung von Kationen auf Papierchromatogrammen 120
Cyanwasserstoff, Bestimmung in der Atmosphäre 371; Bestimmung von Rhodanid neben Cyanwasserstoff 372
Cyclohexan, Bestimmung in hochreinem Toluol und Benzol 153
Cyclohexanol, Analyse im ternären System mit Cyclohexanon und Wasser 198
Cyclohexanon, Analyse in ternärem System mit Cyclohexanol und Wasser 198
Cyclohexanthiol, Nachweis 127
Cyclopentadien-methylengruppe, beim Nachweis von organischen Verbindungen 299
Cyclopentan, Bestimmung in hochreinem Benzol und Toluol 153
p-Cymen, Bestimmung in Citronenöl 458; in Thymianöl 458
Cymole, Bestimmung der Isomeren 299
Cysteinsäure, elektrophoretische Abtrennung 398
Cystin, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387; Bestimmung mit der Jod-Azidmethode 74; elektrophoretische Abtrennung 398; Bestimmung im menschlichen Serum 74

DDT, Bestimmung in Bestäubungsmitteln 158
Debye-Scherrer-Aufnahmen, zur Untersuchung der Kristallstrukturumwandlungen 278
Demissidin, Bestimmung in Solanum dulcamara L. 462
Detergentien, Bestimmung nichtionischer Detergentien in Ölen und Wollextrakten 393
Diätetische Produkte, Natriumbestimmung zur Kochsalzanalyse 136
N,N-Diäthylamin, Bestimmung in Gemischen 119
N,N′-Diäthylbenzamidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
Diäthyldithiocarbaminat, zur Bestimmung von Proteinen 75
Diäthylphosphite, Bestimmung 129
2,5-Diäthylthiophen, Nachweis 127
Dialkylphosphite, colorimetrische Bestimmung 129
2,3-Diaminonaphthalin, Nachweisreagens für Glyoxal 295
1,2-Dianilinoäthan, Nachweisreagens für Glyoxal 295
o-Dianisidin, Bestimmung 305
Dibenz(a,h)anthra-5,6-chinon, Nachweis 307
Dibenzofuran-2-sulfonsäure, zur Identifizierung von Aminen 291
Dibenzylphosphite, Bestimmung 129
2,6-Dibromchinonchlorimid, zum Nachweis von primären und sekundären Aminen 292
Di-n-butylamin, Bestimmung in Gemischen 119
Di-n-butylphosphite, Bestimmung 129
Dicarbonsäuren, Abtrennung alipathischer Dicarbonsäuren 297
N,N-Dicarboxymethyl-aminomethyl-chinizarin, Indicator zur Bestimmung von Calcium 39
2,6-Dichlorchinon-4-chlorimid, zum Nachweis von Phenolen 304
Dichlorofluorescein, Absorptionsindicator bei der Bestimmung von Chlorid in quaternären Ammoniumsalzen 389
2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Analyse 158
Dichromat, zur Titration von Eisen neben anderen Stoffen in Futtermitteln 381; Bestimmung 197
Dielektrische Messungen, für Strukturbestimmungen 282

Diffraktionsanalyse, Anwendungsmöglichkeiten bei organischen Verbindungen 277
Dihydroxyaceton, Abtrennung des Monohydrazons 134
o-Dihydroxychromenole, zur Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 49
Diisopropylphosphite, Bestimmung 129
Dijodpentoxid, Struktur 378
3,4 Dimethoxyanilin, zum Nachweis von polycyclischen o-Chinonen 307
2,6-Dimethoxy-p-benzochinon, R_f-Wert 307
1-(2,4-Dimethoxyphenylazo)-2-naphthol, Bestimmung auf Orangen 147
3,4-Dimethoxyzimtsäure, R_f-Wert 306
p-Dimethylaminobenzaldehyd, zur Erkennung von Aminogruppen 320; zur Bestimmung von Hydroxyprolin 398
Dimethylgelb, als Adosrptionsindicator zur indirekten Kaliumbestimmung mit Tetraphenyloborat 409
Dimethylglykokoll, Entfernung bei der Betainbestimmung 312
Dimethylglyoxim, zur Bestimmung von Nickel neben Kobalt 384
Dimethylindole, Bestimmung 308
O,O-Dimethyl-S-(N-methylcarbamoyl)-phosphorthiothionat, Bestimmung in technischem Rogor 393
Dimethylphenole, Retentionsvolumina 337
Dimethylphosphite, Bestimmung 129
Di(α-naphthyl)-thiocarbazon, als Reagens für Quecksilber(II) und Kupfer-(II) 43
Dinatrium-äthylen-bis-dithiocarbaminat, Bestimmung 393
3,5-Dinitrobenzoesäureester, zur Identifizierung von Alkoholen 291
3,5-Dinitrobenzoylchlorid, zur Bestimmung von primären und sekundären Alkoholen 289
2,4-Dinitrophenylhydrazinderivate, Trennung 133
3,6-Dinitrophthalsäure, zur Bestimmung von Zucker in Blut und Urin 399
2,2-Dinitropropan, Bestimmung 128
α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid, als Fällungsmittel für Kupfer und Nickel 38; zur Bestimmung von Palladium 60
Diphenylamin, Nachweis 304
Diphenylamin-p-sulfonsäure, Indicator bei der Bestimmung von Eisen in Gemischen 381; Nachweis 305
N,N-Diphenylbenzidin, Nachweis 304
Diphenylcarbazon, als Indicator in der volumetrischen Analyse 18
N,N-Diphenylformamid, Nachweis 304
as-Diphenylharnstoff, Nachweis 304
1,1-Diphenylhydrazinchlorid, Nachweis 304
Diphenylin, Bestimmung 305
4,4-Diphenylsemicarbazol, Nachweis 304
Diphenylsulfon-3,3-disulfonylchlorid, Bestimmung 128
1,4-Diphenylthiosemicarbazid, zur Bestimmung von Ruthenium 384
Diphenylthioviolursäure, zur Bestimmung von Kupfer 360
„Diquel", Nachweis im tierischen Gewebe 77
Disproportionierung, bei der Pyrolyse 198
Distickstoffoxid, Mikrobestimmung 285
2,5-Di-tert.-amylhydrochinon, Bestimmung 394
2,5-Di-tert.-butylhydrochinon, Bestimmung 394
2,6-Di-tert.-butyl-p-kresol, Bestimmung 394
Dithiocarbaminate, jodometrische Bestimmung wasserlöslicher Dithiocarbaminate 263
Dithionit, mercurimetrische Titration von Thiosulfat und Sulfid neben Dithionit 350
Dithizon, zur photometrischen Bestimmung von Quecksilber 364
Dodecylbenzolsulfonsäure, Charakterisierung 392
Dolomit, Bestimmung von Eisen 225
Donauwasser, hochfrequenztitrimetrische Untersuchung 285
Dowex 50, für Kationentrennungen 281
Dünger, Bestimmung von Kalium in NPK-Dünger 229; von Calcium in Phosphatdüngern 9; von Phosphorsäure 389; von Phosphat 455
Dünnschichtchromatographie, in der Toxikologie 319
Dysprosium, Bestimmung in Gemischen 366

Edelmetalle, spektrochemischer Nachweis in Silicatgesteinen 447
Ehrlich-Reagens, modifiziertes Ehrlich-Reagens für Indolkörper 308
Einfach-Explosionsgasanalyse, Berechnungsgrundlage 125
Eisen, Reaktion mit Methylfluoron 181; mit Amidoximen 402; capillares Verhalten wäßriger Eisenlösungen 198; Nachweis 123; Bestimmung 201; spektralphotometrische Bestimmung mit 3-Hydroxy-1-p-sulfonatophenyl-3-phenyltriazin 380; chromatographi-

sche Bestimmung 120, 121; Bestimmung mit Kaliumdichromat 381; komplexometrische Bestimmung 382; Analyse in Gemischen 451; Bestimmung neben Calcium, Mangan, Kupfer, Kobalt und Phosphat in Futtermitteln 381; Nachweis neben Nickel 123; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Beryllium und Berylliumoxid 209; in hochgereinigtem Magnesium 434; in Babbitmetall 214; in Chrom 216; in Gefügebestandteilen im Stahl 218; in Nickel 439; in metallischen Proben, Kalkstein, Schlacke und Dolomit 225; in Zinksulfat 246; in reinen Säuren 237; in mit Titandioxid nichtglänzend gemachten Acrylfasern 154; Einfluß dritter Partner bei der spektrochemischen Lösungsanalyse komplexer Gemische 382; Einfluß auf die Cadmiumbestimmung 389; auf die Cerbestimmung mit Tiron 368; Bestimmung von Restgasen in spektralreinem Eisen 206; von Kupfer 232; von Thorium neben Eisen 44; von Kohlenstoff 220; von Vanadium 53; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Schwefel 221; Nachweis von Kobalt neben Eisen 123; Bestimmung von Kobalt 444; Bestimmung organischer Überzüge und Lacke auf verzinntem Eisen 155

Eisen-59, Bestimmung in der Leber von Fischen 238

Eisen(III), Bestimmung in Wasser 431

Eisen(II)-cyanide, Bestimmung neben anderen Cyaniden und Rhodaniden 381

Eisenmetallurgische Schlacken, Bestimmung von Aluminium 232

Eisenmeteorite, Bestimmung von Ruthenium 384

Eisenoxid, Einfluß auf die Calciumbestimmung 10

Eisenoxidhydrate, Vorgänge beim Erhitzen 57

Eisenoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126

Eisenphosphate, Bestimmung von Phosphorsäure 445

Eisen-Zinnbad, zur Bestimmung von Sauerstoff in Titan 437

Eiweiß, photometrische Bestimmung mit Indicatorfarbstoffen 75

Eiweißlösungen, Bestimmung von Calcium in phosphathaltigen Eiweißlösungen 239

Elektroden, Lösungsspektralanalyse mit zwei rotierenden Elektroden 117; Hg- und Cu-Indicatorelektroden für potentiometrische und amperometrische Titrationen 282; Verhalten des Ammoniumions an der Quecksilbertropfkathode 373; Aluminiumelektrode bei der Titration schwacher Säuren 284; Bestimmung des aktiven Sauerstoffes in aufgeladenen metallokeramischen Nickelelektroden 208; Einfluß von Platinoxid auf die Reaktionskinetik an Platinelektroden 283; Glaselektrode zur Indizierung der Kaliumtitration mit Calciumtetraphenyloborat 99

Elektrographie, in der analytischen Chemie 123

Elektronenstrahlen, zur Analyse organischer Verbindungen 277

Elektrophorese, Metallplatten als Kühlung bei der Trägerelektrophorese mit höheren Spannungen 281; zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278

Elementaranalyse, Schnellverbrennungsapparatur 385; Bestimmung von H, C, N, O und F 61; von Quecksilber in organischen Verbindungen 61; von Bor in organischen Borverbindungen 386; von C, H und F in organischen Verbindungen 388; von Stickstoff in organischen Verbindundungen 62; von Stickstoff mit Hilfe der Indantrionhydrat-Methode 63; anomale Reaktionen bei der Aminostickstoffbestimmung in Sulfonsäureamiden 387; Nebenreaktionen bei der Stickstoffbestimmung durch Einwirkung von salpetriger Säure auf die Aminosäuren 387; Reaktionen bei der Stickstoffbestimmung in Pyrrolin- und Oxazolinverbindungen mit salpetriger Säure 387; Bestimmung von Phosphor in organischen Verbindungen 64; Reinigung von Stickstoff zur Sauerstoffbestimmung 63; Bestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 64, 65; Mikrobestimmung von Schwefel 65; Bestimmung von Halogen in organischen Substanzen 388; von Chlorid in quaternären Ammoniumsalzen 388

Elemente, Bestimmung in gereinigtem Aluminium 211

Embellin, R_f-Wert 307

Ephedra, Bestimmung von Pseudoephedrin und Ephedrin 460

Ephedrin, Bestimmung in Ephedra 460

EPTC, Bestimmung in Kartoffeln 159
Erbium, Bestimmung in Gemischen 367
Erdalkalien, papierchromatographische Abtrennung 122; Bestimmung in Wasser 431; Trennung in Wasser 432
Erdölfraktionen, Bestimmung von Sauerstoff 150
Erdölraffination, Abtrennung von Fluoriden aus den Katalysatormassen 455
Ergosterin, Abtrennung 78
Ergußgesteine, Bestimmung von Spuren 446
Eriochromschwarz T, zur Bestimmung von Calcium neben Magnesium 41; zur Bestimmung von Magnesium in Körperflüssigkeiten 463
Erucasäure, Abtrennung 131
Erze, Bestimmung von Kupfer 232; von Kupfer, Zink und Kobalt 444; Trennung von Silber von Kobalt oder Nickel 224; Bestimmung von Uran 226
Erzkonzentrate, Übersicht über die analytischen Methoden zur Bestimmung von Edelmetallen 228
Eserinsalicylat, Bestimmung in Alkaloidgemischen 459
Essigsäure, hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 285; Bestimmung in Säurechloriden 132; Bestimmung der Natrium- und Lithiumsalze 293
Ester, Bestimmung in Säurechloriden 132; Bestimmung funktioneller Gruppen 288
Europium, Bestimmung in Gemischen 366
Evipan, Bestimmung der Alkalisalze von Evipan 293
Exkremente, Bestimmung von Thallium in Exkrementen von Ratten 240
Explosionsgasanalyse, Berechnungsgrundlagen 125
Explosivstoffe, infrarotspektroskopische Untersuchung 395

Farbe, Bestimmung von Waschmitteln 159
Farbstoffe, Identifizierung und Strukturbestimmung 197; papierchromatographische Untersuchung zur Identifizierung von Hybridenrotweinen 311
Fehlerberechnung indirekter Analysen 266
Fenchel, Bestimmung der ätherischen Öle 457
Fenchon, Absorptionsmaximum 457
Ferrotitan, Bestimmung von Titan 163
Ferulasäure, R_f-Wert 306; R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Feststoffe, Bestimmung von Thorium sowie von Uran in gepulverten Feststoffen 46
Fettaldehyde, Isolierung aus Gehirnphosphatiden 73
Fette, Arbeitsbedingungen zur Analyse 137; Identifizierung und Strukturbestimmung tierischer Fette 197; Bestimmung der Jodzahl 137; Entfernung bei der Detergentienbestimmung in Ölen 393; Bestimmung der freien Fettsäuren in Fetten 136; der gesättigten Triglyceride 312; Papierchromatographie der Sterine in Pflanzenfetten 78; Nachweis von Fremdfett in Kakaoerzeugnissen 317
Fettfreie Trockenmasse, Bestimmung in Butter 313
Fettsäuren, R_f-Werte ungesättigter Fettsäuren 294; Bestimmung freier Fettsäuren in Fetten 136; papierchromatographische Trennung langkettiger Fettsäuren 294; Bestimmung in Pflanzenfetten 132; im biologischen Material als Methylester 397
Filme, Bestimmung von Restgasen in Metallfilmen 206
Fische, radiochemische Analyse von Lebern von Fischen, die 1958 im pazifischen Ozean gefangen waren 238
Fischleberöle, Identifizierung der Alkoxyglyceride 312
Fissium-Uranlegierung, Bestimmung von Zirkonium 434
Flammenphotometrie, gegenseitige Beeinflussung der Alkalimetalle 276
Flavon-Aglykone, Identifizierung 305
Flavonoide, Einfluß auf die photometrische Bestimmung von Ascorbinsäure mit 4-Methoxy-2-nitranilin 145
Fleisch, Bestimmung von Malonaldehyd 143; von Kollagen im Rindfleisch 143
Flüchtige Stoffe, Bestimmung im Kaffee 316
Flüssigkeitsströme, Messung der Radioaktivität 124
Fluor, Bestimmung in Wasserproben aus radiochemischen Prozessen, katalytischen Petroleum-Prozessen und bei der Behandlung von Zahnkaries 205; selbstregistrierende spektrochemische Bestimmung in Aluminiumoxid 231; Bestimmung in organischen Verbindungen 61, 388
1-Fluor-2,4-dinitrobenzol, zur Bestimmung von Amidstickstoff in Proteinen 398
Fluoren, Nachweis 299

Fluoren-9-carbonsäuremethylester, zur Charakterisierung von Alkylhalogeniden 288
Fluorescenzindicatoren, Darstellung von Umbellikomplexon und Xanthokomplexon 199; Indicatoren für die Titration mit ÄDTA 200
Fluoride, Absorptionsspektren in der Schmelze 56; Bestimmung 197; auf Chromatogrammen 56; Bestimmung mit Lanthanchloranilat 55; mit Hilfe des Zirkonyl-Alizarin-Chelatkomplexes 55; Bestimmung in Katalysatormassen 455; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Fluorimetrie, Beiträge 170, 352, 406
Flußmittelsalze, Bestimmung der Chloride von Kalium, Calcium und Natrium 236
Forensische Analyse, Identifizierung und Isolierung von Barbituraten 319
Form, Bestimmung von Waschmitteln 159
Formaldehyd, spektralphotometrische Bestimmung 130
Formiate, Bestimmung 294
Fraktionierungsanalyse, Anwendung 122
Fremdfett, Nachweis in Kakaoerzeugnissen 317
Fructose, zur amperometrischen Titration von Bor 365; R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296; Abtrennung 298; Bestimmung in Zuckern 149
Fructosemethode, zur Bestimmung von Zuckern in Pflanzen 149
Früchte, Bestimmung von EPTC 158
Fucosterin, Abtrennung 78
Funkenstrecke, Lösungsspektralanalyse mit rotierender Funkenstrecke im kondensierten Funken 117
Funktionelle Gruppen, Identifizierung durch Ionisationsspektroskopie 287
Futter, Bestimmung von Calcium in Viehfutter 156; verdaulicher Kohlenhydrate in Geflügelfutter 156
Futtermittel, Bestimmung von Eisen neben anderen Stoffen in Futtermitteln 381; von Äthoxychin 318

Gadolinium, Bestimmung in Gemischen 366
Galaktose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296
Galakturonsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 429
Galenit, elektrographische Untersuchung 123
Gallion, Reagens auf Gallium 47
Gallium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Farb- und Fluorescenzreaktionen mit Azofarbstoffen 46; spektrographische Bestimmnug in Lösungen 48; Luminescenzbestimmung 47; aktivierungsanalytische Bestimmung in Reinsilicium 212; Bestimmung in Selen 47; in Silicaten 224; in Siliciumcarbid 440; in glycerinhaltigen galvanischen Bädern 237
Gallussäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Gallussäureäthylester, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Galvanische Bäder, Bestimmung von Gallium und Indium in glycerinhaltigen galvanischen Bädern 237
Gasanalyse, Einfach-Explosionsgasanalyse 125
Gaschromatographie, Verwendung von Capillarsäulen 119; Anwendung von Integratoren 278; von Analogintegratoren 119; zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278; zur Strukturbestimmung organischer Verbindungen 196; zur Identifizierung organischer Verbindungen mit Hilfe der Pyrolyse 197
Gase, Apparatur zur Mikroanalyse 285; Analyse in Lebensmittelverpackungen 135; Bestimmung in Metallen 206; in Metallfilmen 206; Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Mercaptanen 203
Gas-flüssig-Chromatographie, zur Strukturbestimmung organischer Verbingen 196
Gasgemische, Apparatur zur Mikroanalyse 285
Geflügelfutter, Bestimmung verdaulicher Kohlenhydrate 156
Gefügebestandteile, Analyse im Stahl 218
Gegenstromverteilung, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
Gehirn, Isolierung von Fettaldehyden aus den Phosphatiden des Pferdegehirns 73
Gelatine, Bestimmung mit der Biuretreaktion 295
Gelfiltration, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
Gentisinsäure, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
Gentisinsäuremethylester, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Geraniol, Bestimmung in Thymianöl 458

Geranylchlorid, Bestimmung 132
Germanium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Tüpfelmethode zur Bestimmung 372; Bestimmung in Rohstoffen, Zwischen- und Endprodukten der Zinkerzaufarbeitung 235; in reinen Säuren 237
Geruch, Bestimmung von Waschmitteln 159
Gesamtmilch, Papierelektrophorese 323
Gesteine, Bestimmung von Silber und Thallium 225; von Tantal 446; von Tantal und Wolfram 445
Getränke, Schnellbestimmung von Kupfer in alkoholischen Getränken 311
Getreide, Bestimmung von Phosphorwasserstoffresten in begastem Getreide 146
Getreidebrandsporen, Bestimmung in Weizen 140
Getreideerzeugnisse, Nachweis von Tetrachlorkohlenstoff 82
Getreidekörner, Bestimmung von Mangan und Zink 139
Gewebe, Bestimmung von Caesium-137 in menschlichem Gewebe 238; Nachweis von „Diquel" im tierischen Gewebe 77; Bestimmung der reversibel oxydierbaren Formen von Thiamin in tierischem Gewebe 400; von Stoffwechselprodukten durch Papierchromatographie 238
Gewebshomogenisate, Bestimmung von Stickstoff 71; von Sulfat 72
Gewicht, Bestimmung von Waschmitteln 159
Gewürzöle, Bestimmung von Lösungsmittelresten 138
Glas, Übersicht über die im chemischen Laboratorium verwendeten Glassorten 287; Analyse optischer Gläser 448; Bestimmung von Natrium und Kalium 235, 448; Lösungsgeschwindigkeit von Natrium und Kalium aus Gläsern zur flammenphotometrischen Bestimmung 236; Bestimmung von Calcium in Natronkalkglas 9
Glaselektrode, zur Indizierung der Kaliumtitration mit Calciumtetraphenyloborat 99
Globulin, Bestimmung in der Milch 325
Glucoproteide, Bestimmung im Blutserum 76
Glucose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296; Abtrennung 298; Bestimmung in Zuckern 149; in Hydrolysaten von Stärke und Polysacchariden 314
Glucoseoxydase-Methode, zur Zuckerbestimmung in Pflanzen 149
Glucuronsäure, R_f-Wert und Farbreaktion 429
Glutaminsäure, Abtrennung 298; elektrophoretische Abtrennung 398
Glycerin, Analyse 134
D,L-Glycerose, Abtrennung des Monohydrazons 134
Glycin, siehe Glykokoll
Glykoalkaloide, Trennung aus Kartoffeln 141; Bestimmung in Solanum dulcamara L. 462
Glykokoll, papierchromatographische Bestimmung 280; Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 285; Abtrennung 298
Glykolätherverbindungen, Mikrobestimmung 133
Glykolaldehyd, Abtrennung des Monohydrazons 134
Glyoxal, Nachweisreaktionen 295; Abtrennung des Bishydrazons 134
Glyoxylsäure, polarographische Bestimmung in Lösungen ihrer industriellen Herstellung 160
Gold, Reaktion mit Methylfluoron 181; coulometrische Bestimmung 365; heterometrische Bestimmung mit Phenanthrolin 38; papierchromatographische Abtrennung 60; Bestimmung in metallischem Kupfer 209; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228
Gold(III), mikroheterometrische Bestimmung 60
Granit, Nachweis von Gold und Platin 447
Graphit, Bestimmung 201
Guajacol, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
Guajacolsulfonsäure, Bestimmung der isomeren Kaliumsalze 303
Guanidinderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
Guanidinsalze, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
Guanylharnstoffderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
Gummiherstellung, Bestimmung von Kupfer in Porzellanerden, die Füllstoffe in der Gummiherstellung sind 153

Hämoglobine, Elektrophorese von Hämoglobin A und F 79
Hafnium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Bestimmung mit o-Dihydroxychromenolen 49; Bestimmung in Zirkonium 215

Halogen, Bestimmung in organischen Substanzen 388; Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat 406
Harmonische Schwingungen, zur Wechselstrompolarographischen Analyse 283
Harn, Bestimmung von Chlorid 464; Nachweis von Ascorbinsäure und ihren Metaboliten 78; Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid und seinen Stoffwechselprodukten 80; Nachweis von Kynurenin und Xanthurensäure 80. — Siehe auch Urin
Harnstoff, Nachweis auf Papierchromatogrammen 308
HCH, Bestimmung von Rückständen in Lebensmitteln 147
Heizöl, Bestimmung von Vanadium und Nickel 244
Heptanole, Bestimmung 290
Hetsäure, Bestimmung in schwerbrennbaren Anstrichmitteln 395
Hexachlorcyclohexan, Bestimmung von Rückständen in Lebensmitteln 147
Hexachlor-endomethylentetrahydrophthalsäure, Bestimmung in schwerbrennbaren Anstrichmitteln 395
Hexachlorophen, Bestimmung in Zahnpasten 459
Hexacyanoferrat(II), zur Fällung und Bestimmung von Cadmium 362; Bestimmung 197; coulometrische Bestimmung 342
Hexacyanoferrat(III), Bestimmung 197; coulometrische Bestimmung 365
Hexacyanoferrate, Abtrennung 282
Hexan, Bestimmung in Gewürzölen 138
2,5-Hexandiol, Bestimmung 290
2-Hexanol, Bestimmung 290
3-Hexanthiol, Nachweis 127
Hinderung, Untersuchung der sterischen Hinderung durch Diffraktionsanalyse 277
Histidin, elektrophoretische Abtrennung 398
Hochfrequenztitrimeter, Anwendungsgrenzen für Messungen 285
Hochofenschlacke, Bestimmung von Calcium 9
Hochtemperaturlegierungen, Bestimmung von Titan 432
Holmium, Bestimmung in Gemischen 366
Holz, Bestimmung von Arsen in präpariertem Holz 390
Homatropin, Abtrennung 461
Hortonlit Dunit, Nachweis von Edelmetallen und Rhenium 447
Hüttenkalk, Bestimmung von Calcium und Magnesium 225
Huminsäuren, Bestimmung von Carboxyl- und Hydroxylgruppen in regenerierten Huminsäuren 149
Hybridenrotweine, Untersuchung durch Papierchromatographie ihrer Farbstoffe 311
Hybridentraubensäfte, Nachweis 310
Hybridenweine, Nachweis 310
Hydrazinderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
2-Hydrazinobenzthiazol, Nachweisreagens für Glyoxal 295
Hydrazinsulfat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 185
Hydrochinon, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
Hydrochinon-monobenzyläther, Bestimmung 394
Hydrogenphosphat, chromatographische Bestimmung 120
Hydrolyse, bei der Pyrolyse organischer Verbindungen 198
Hydroxyäthyl(äthylendinitrilo)triessigsäure, thermisches Verhalten 286
m-Hydroxybenzoesäure, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
m-Hydroxybenzoesäureäthylester, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
β-Hydroxybuttersäure, Bestimmung im Blut 396
8-Hydroxychinolin, zur Bestimmung von Calcium 361; zur Trennung von Lanthaniden 367
8-Hydroxychinolinessigester, zur Fällung von Metalloxinaten 126
4-Hydroxydiphenylamin, Nachweis 305
5-Hydroxyindolessigsäure, Bestimmung 308
Hydroxylamin, Bestimmung mit Permanganat in salzsaurer Lösung 50; Bestimmung neben Beta-Aspartylhydroxamat 133
Hydroxylaminhydrochlorid, zur Bestimmung von Quecksilber 363; Einfluß auf die Antimonbestimmung 185
Hydroxylgruppen, Bestimmung in regenerierten Huminsäuren 149
β-Hydroxynaphthylaläthylamin, zur Bestimmung von Vanadium 376
β-Hydroxynaphthylalaldoxim, zur Bestimmung von Vanadium 376
1-(1-Hydroxy-2-naphthylazo)-5-nitro-2-naphthol-4-sulfonsäure, zur Bestimmung von Calcium neben Magnesium 41
N-p-Hydroxyphenylmorpholin, Bestimmung 394
Hydroxyprolin, Bestimmung 398

Hydroxypyruvaldehyd, Abtrennung des Bishydrazons 134
3-Hydroxy-1-p-sulfonatophenyl-3-phenyltriazin, zur spektralphotometrischen Bestimmung von Eisen 380
5-Hydroxy-1-tetralon, zur Bestimmung von Blutzucker 76
5-Hydroxytryptamin, Bestimmung 308
5-Hydroxytryptophan, Bestimmung 308
Hypochlorit, bei der Stickstoffbestimmung im Stahl 442

Imide, Titrationskurven für Pyridin und Wasser 302
Indantrionhydratmethode, zur Bestimmung von Stickstoff 63
Indican, Nachweis auf Papierchromatogrammen 308; colorimetrische Bestimmung 306
Indicatoren, Darstellung und Eigenschaften der Fluorescenzindicatoren, Umbellikomplexon und Xanthokomplexon 199; Verhalten und Wirkungsweise fluorescierender Metallindicatoren 200; Fluorescenzindicatoren in der Chelatometrie 200; metallochrome Indicatoren mit 1-(2-Thiazolylazo)-2-naphthol-Struktur 286; Diphenylcarbazon als innerer Indicator in der volumetrischen Analyse 18; Derivate des Variaminblaus als Redoxindicatoren 199; Dimethylgelb als Adsorptionsindicator bei der Kaliumbestimmung mit Tetraphenyloborat 409
Indicatorfarbstoffe, zur photometrischen Bestimmung von Eiweiß 75
Indium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Abtrennung der Radioisotopen 52; Bestimmung in Siliciumcarbid 440; in reinen Säuren 237; in glycerinhaltigen galvanischen Bädern 237
Indol, Ehrlich-Reagens für Körper mit Indolstruktur 308; Bestimmung 308
Indole, Nachweis auf Papierchromatogrammen 308
Indol-3-essigsäure, Bestimmung 308
Indolin ,Bestimmung 308
Indoxylacetat, Bestimmung 308
Indoxyl-o-sulfat, Bestimmung 306
Industrielaboratorium, Verwendung der mathematischen Statistik 201
Industrielle Herstellung, Bestimmung der Glyoxylsäure in Lösungen ihrer Herstellung 160
Infrarotanalyse, Anwendungsmöglichkeiten zur Strukturbestimmung organischer Verbindungen 277; zur Unterscheidung primärer, sekundärer und tertiärer Amine sowie ihrer Assoziate 292
Insektenvertilgungsmittel, Reinheitsprüfung 157
Insulinpräparate, Bestimmung von Zink 456
Integratoren, Anwendung in der Gaschromatographie 278
Inulin, Bestimmung 135
Ionen, papierchromatographische Anreicherung 119; Chromatographie anorganischer Ionen auf Cellulose 122; Entfernung bei der Betainbestimmung 312
Ionenaustausch, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
Ionenaustauscher, Ausführung von Redoxreaktionen an Ionenaustauschern 125
Ionisationsspektroskopie, zur Untersuchung funktioneller Gruppen 287
Iridium, Abtrennung 110; Abtrennung von Rhodium 112, 228; von Palladium 111, 113, 114; von Platin 111; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228; Bestimmung von Osmium neben Iridium 28
Isoferulasäure, R_f-Wert 306
Isomeren, Bestimmung in technischem Trikresylphosphat 155
Isonicotinsäure, Bestimmung 80
Isonicotinsäure-amidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
Isonicotinsäurehydrazid, photometrische Bestimmung 80
N-Isonicotinylglycin, Bestimmung 80
Isopropanol, Bestimmung in Gewürzölen 138
Isopropanolamin, Bestimmung 290
Isopropyl-cyclopentylsulfid, Nachweis 127

Jod, Bestimmung in Wasser 431; im Blutserum 396
Jodat, Reduktion an der Platinelektrode 284; Bestimmung 197; Abtrennung 282; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Jod-Azidmethode, zur Bestimmung von Cystin 74
Jodid, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; chromatographische Bestimmung 120; Abtrennung 282; Bestimmung neben Chlorid 378; neben Chlorid und

Bromid 379; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184; auf die Bestimmung von Pt, Pd und Au 60
Jodzahl, Bestimmung in Fetten und Ölen 137

Kaffee, Bestimmung flüchtiger Stoffe 316
Kakaoerzeugnisse, Nachweis von Fremdfett 317
Kalisalze von Carbon- und Nichtcarbonsäuren, Bestimmung 294
Kalium, Reaktion mit Methylfluoron 182; direkte Titration mit Calciumtetraphenyloborat 99; indirekte Bestimmung mit Dimethylgelb als Adsorptionsindicator 409; papierelektrophoretische Abtrennung 359; Abtrennung in Wasser 432; Bestimmung im Boden 229; radiometrische Bestimmung in NPK-Düngern 229; Bestimmung in Glas 235, 236, 448; Lösungsgeschwindigkeit aus verschiedenen Gläsern zur flammenphotometrischen Bestimmung 236; Beeinflussung der übrigen Alkalimetalle bei der flammenphotometrischen Bestimmung 276; Einfluß von Fremdelektrolyten auf die Bestimmung mit Tetraphenyloborat 413
Kaliumchlorid, Bestimmung in Flußmittelsalzen 236
Kaliumhexacyanoferrat(II), zur Bestimmung von Cadmium 362
Kaliumhexafluorchromat(III), Absorptionsspektrum in der Schmelze 56
Kaliumnitritocobaltat(III), Fällungsgrad 383
Kaliumpermanganat, röntgenanalytische Untersuchung 116
Kaliumrhodizonat, zur Mitfällung von Barium-140 im Meerwasser 204
Kalk, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Hüttenkalk 225
Kalk-Natronglas, Bestimmung von Calcium 9
Kalkstein, Bestimmung von Eisen 225
Kartoffeln, Bestimmung des α-Naphthylessigsäuremethylestergehaltes 140; Trennung des Glykoalkaloidgehaltes 141; Zusammenhang zwischen der Anticholinesterasewirkung und dem Solaningehalt 141; Bestimmung von EPTC 159
Katalysatoren, Bestimmung von Vanadiumoxiden nebeneinander in Kontaktkatalysatoren auf Kieselgurgrundlage 230; von Platin in Crack-Katalysatoren 230
Katalysatormassen, Bestimmung von Fluorid 455
Kationen, Sichtbarmachung auf Papierchromatogrammen 120; Trennung an einem Kationenaustauscher 281
Kationenaustauscher, für Kationentrennung 281; zur Aussalzchromatographie organischer Stoffe 280
Kautschukansätze, Nachweis von Beschleunigern und Antioxydantien 154
Kerntechnologie, Anwendung der Neutronenaktivierungsanalyse 123
Ketone, bei der Bestimmung von sekundären Alkoholen 289; Bestimmung funktioneller Gruppen 288; Bestimmung in Lebensmitteln 142
2-Keto-3-desoxyphosphoheptonsäure, Bestimmung 308
Ketokörper, Bestimmung im Blut 396
Kieselgel, Bestimmung von Zink 42
Kieselgurgrundlage, Bestimmung von Vanadiumoxiden nebeneinander in Kontaktkatalysatoren auf Kieselgurgrundlage 230
Kieselsäure, gravimetrische Schnellbestimmung 372; Bestimmung der löslichen Kieselsäure mit Silicomolybdänsäure 48; Bestimmung in Silicaten 447; Einfluß auf die Calciumbestimmung 9, 10; auf die Elution von Ionen in Glas 448
Knochen, Bestimmung von Strontium 239
Kobalt, Reaktion mit Methylfluoron 181; mit Amidoximen 402; capillares Verhalten wäßriger Kobaltlösungen 198; elektrolytische Abscheidung 382; elektrochromatographische Untersuchungen von komplexen Lauraten 58; Nachweis 123; Bestimmung 201; chromatographische Bestimmung 120, 121; Bestimmung als Wolframat 383; als Wolframat oder Selenit 384; Bestimmung in Mehrkomponentensystemen 118; papierchromatographische Abtrennung aus natriumtartrathaltigen Gemischen 37; Analyse in Gemischen 451; polarographische Bestimmung neben Kupfer, Nickel und Zink 383; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Chrom 216; in Eisen und Stahl 444; in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in Chrom-Nickelstählen 223; in Nickel 439; in hochreinem Nickelmetall 217; in Silicaten 224; in Erzen 444; Trennung von Silber in Erzen oder Legierungen 224; Bestimmung in Wolframerzen 228; in gesinterten Carbiden 231;

in reinen Säuren 237; aus Vitamin B_{12} 145; Bestimmung von Cadmium 218; von Quecksilber neben Co 365; von Schwefel 221; von Eisen neben Kobalt 381; von Nickel mit Dimethylglyoxim neben Kobalt 384
Kobalt(II)-chlorid, Gehaltsbestimmung 457
Kobaltfluorid, Absorptionsspektrum in der Schmelze 56
Kobalthexamminlösung, radioaktiv markierte Lösung zur Bestimmung von Beryllium und Wismut 39
Kobalt-Kupfererze, Bestimmung von Kupfer, Zink und Kobalt 444
Kobaltoxinat, Fällung aus homogener Lösung 127
Kochsalz, Natriumbestimmung zur Kochsalzanalyse in diätetischen Produkten 136
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Calcium und Magnesium 463
Kohle, thermogravimetrische Analyse 122
Kohlendioxid, Mikrobestimmung 285; im Wein 309; in der Atemluft 202
Kohlendioxidspannung, Bestimmung im Blut 240
Kohlenhydrate, Bestimmung verdaulicher Kohlenhydrate in Geflügelfutter 156
Kohlenstoff, Bestimmung 201; in Eisen und Stahl 220; in organischen Verbindungen 61, 388
Kohlenstoff-14, Bestimmung von markierten Stoffen in Glasapparaturen 93
Kohlenwasserstoffe, Analyse von Leichtkohlenwasserstoffen 391; Bestimmung in hochreinem Toluol und Benzol 153; Bestimmung aromatischer Kohlenwasserstoffe im Benzin 152; mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe in Petroleumwachsen 390; des mit Wasser extrahierbaren Natriums 391; von Oxydationsprodukten 152; Pyridin-Alkalireaktion als Grundlage zur Bestimmung chlorierter aliphatischer Kohlenwasserstoffe 81
Kohlenwasserstoffverbindungen, thermogravimetrische Analyse flüchtiger Kohlenwasserstoffverbindungen 122
Kollagen, Bestimmung im Rindfleisch 143
Komplexe, Untersuchung durch die Diffraktionsanalyse 277
Komplexometrie, Verwendung von Fluorescenzindicatoren 200
Konsistenz, Bestimmung von Waschmitteln 159
Kosmetika, Bestimmung von 2-Naphthylamin 458
Kresol, gaschromatographische Untersuchung in Gemischen 333, 334,
o-Kresol, Bestimmung in Trikresylphosphat 333
Kresole, Retentionsvolumina 337
Kristallstrukturumwandlungen, Untersuchung mit Debye-Scherrer-Aufnahmen 278
Kryptopyrrol, Bestimmung 308
Küpenfarbstoff-Gemische, chromatographische Analyse 159
Kupfer, Reaktion mit Methylfluoron 181; mit Amidoximen 402; capillares Verhalten wäßriger Kupferlösungen 198; elektrochromatographische Untersuchung von komplexen Lauraten 58; Fällung mit α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid 38; Nachweis 123; Bestimmung 200; chromatographische Bestimmung 120, 121; coulometrische Bestimmung 365; Bestimmung durch Square-Wave-Polarographie 360; Bestimmung mit der Biuretreaktion 295; komplexometrische Bestimmung 382; Bestimmung mit Diphenylthioviolursäure 360; papierchromatographische Abtrennung 60; aus natriumtartrathaltigen Gemischen 37; Bestimmung neben Zink und Eisen 232; Bestimmung in Mehrkomponentensystemen 118; in gebrannten alkoholischen Getränken 311; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Beryllium und Berylliumoxid 210; in Reinsilicium 212; in Zinnlegierungen 436; in Bleilegierungen 436; im Chrom 216; im Stahl 219; in Nickel 439; in Erzen 444; in Wolframerzen 228; durch Fluorescenz in Schlacken und Erzen 232; Bestimmung in Porzellanerden 153; in Zinksulfat 246; in Uransalz 450; in Menschenserum mit Rubeanwasserstoffsäure 463; Entfernung bei der Bestimmung von Cadmium in Uran 389; Bestimmung von Gold in metallischem Kupfer 209; von Zink 208; von Wismut und Blei 433; von gelöstem neben oxidischem gebundenem Sauerstoff 207; von Eisen neben Kupfer 226, 381; von Kobalt neben Kupfer 383; organischer Lacke und Überzüge 155
Kupfer(II), Bestimmung mit Di(α-naphthyl)thiocarbazon 43
Kupfer-Antimon-Konzentrate, Bestimmung von Antimon in Sulfidabfalllaugen 234

Kupferelektroden, für potentiometrische und amperometrische Titrationen 282
Kupfer-Kobalterze, Bestimmung von Kupfer, Zink und Kobalt 444
Kupferlegierungen, Bestimmung von Zink 42, 433; von Zirkonium 49
Kupferlösung, zur Rücktritration von reduzierenden Zuckern 297
Kupferoxinate, Fällung aus homogener Lösung 126
Kupferschichten, Messung auf Metallen 217
Kupfer-Zinkerze, Bestimmung von Kobalt, Kupfer und Zink 444
Kupfer-Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Kupfer und Blei 438
Kynurenin, Nachweis im Harn 80

Laboratorium, Verwendung der mathematischen Statistik im chemischen Industrielaboratorium 201; Übersicht über die Glassorten im chemisch-analytischen Laboratorium 287
Laboratoriumsluft, Bestimmung von Beryllium 201
Lacke, Bestimmung organischer Lacke 155
Lactobacillus plantarum, zum Nachweis von Pantothensäure 79
β-Lactoglobulin, Gehalt der Milch 322; Bestimmung in der Milch 325
Lactoglobulinstickstoff, Bestimmung in der Milch 326
Lactometer-Feldmethode, Genauigkeit zur Bestimmung von Nichtfett-Bestandteilen in Milch 142
Lactose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296; Bestimmung in Zuckergemischen 298
Lagermetalle, Bestimmung von Blei 214; von Eisen in Lagermetall auf Zinnbasis 214
Lanthan, Reaktion mit Methylfluoron 182; Löslichkeitsprodukt des Salzes mit Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure 198; Abtrennung 367; Bestimmung in Gemischen 366; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung von Thorium neben Lanthan 44
Lanthanchloranilat, zur Bestimmung von Fluorid 55
Lanthanide, Trennung durch Fällungschromatographie mit Hydroxychinolin 367
Laryl-isopropanolamid, Charakterisierung 392
Laufmitteltransport, in der Papierchromatographie 279
Laurinsäure, Abtrennung 131
Lebensmittel, Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 142; von Malonaldehyd in ranzigen Lebensmitteln 143; von Rückständen von Hexachlorcyclohexan 147. — Siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelverpackungen, Analyse der Gase in Verpackungen 135
Leber, radiochemische Analyse von Fischlebern aus dem pazifischen Ozean 238; Bestimmung von Blei 70
Legierungen, elektrographische Untersuchung 123; Trennung von Silber von Kobalt oder Nickel 224; Bestimmung von Wismut mit ÄDTA in leichtschmelzenden Legierungen 215
Leichtkohlenwasserstoffe, Analyse 391
Leinöl, Bestimmung der Fettsäuren 132
Leitungswasser, hochfrequenztitrimetrische Untersuchung 285
Letternmetall, Bestimmung von Blei 214
Leucin, Abtrennung 298
Licht, Ultraviolettspektroskopie in polarisiertem Licht 117
D-Limonen, Bestimmung in Citronenöl 458
Linalool, Bestimmung in Ölen 290; in Thymianöl 458
Linalylchlorid, Bestimmung 132
Liquor, Bestimmung von Pantothensäure 79
Lithium, Bestimmung der Isotopenverteilung 37; Beeinflussung bei der flammenphotometrischen Bestimmung 276; Bestimmung von metallischem Lithium neben Lithiumionen in Mineralöldispersionen 390; Bestimmung in Glas 236
Lithiumacetat, Bestimmung 293
Lithiumbenzoat, Bestimmung 293
Lithiumfluorid, Bestimmung von Thorium 454
Lithiumionen, Bestimmung in Mineralöldispersionen 390
Lithiumsalicylat, Bestimmung 293
Lithiumsalze von Carbon- und Nichtcarbonsäuren, Bestimmung 294
Lithopone, Bestimmung von Zink 42
Lösungsmittel, pyrolytische Reaktionen niedrig siedender Lösungsmittel 198
Lösungsmittelreste, Bestimmung in Gewürzölen 138
Lösungsspektralanalyse, mit zwei rotierenden Elektroden 117
Luft, Nachweis von Verunreinigungen 430; kontinuierliche Messung des Radongehaltes 430; Bestimmung von Beryllium 201, 202; spek-

trochemischer Nachweis von Quecksilber und Beryllium 201; Bestimmung von Cyanwasserstoff 371; von Kohlendioxid und Sauerstoff in der Atemluft 202; von Aldehyden 202; Nachweis von CCl_4 und $CHCl_3$ 82; von Trichloräthylen 82; Bestimmung von Benzol, Toluol und Xylol 431; von Anilindampf 203
Luminal, Bestimmung der Alkalisalze von Luminal 293
Lupinin, chromatographische Bestimmung 120
Lutetium, Bestimmung in Gemischen 367
Lysergsäure, Bestimmung 308
Lysergsäurederivate, Bestimmung im Mutterkorn 67
Lysin, elektrophoretische Abtrennung 398; Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387

Magensaft, Bestimmung von Chlorid 396
Magnesium, Reaktion mit Methylfluoron 182; capillares Verhalten wäßriger Magnesiumlösungen 198; potentiometrische Titration mit Natronlauge 360; komplexometrische Bestimmung mit potentiometrischer Endpunktsanzeige 40; Abtrennung in Wasser 432; Bestimmung in Nickel 439; im Boden 229; in Hüttenkalk 225; im Glas 448; in reinen Säuren 237; in Körperflüssigkeiten 463; im Serum 395; Bestimmung von Calcium neben Magnesium 20, 40; von Eisen und Aluminium 434
Magnesiumchlorid, Bestimmung von Magnesium 361
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Zink 42
Magnesiumnitrat, Einfluß auf die Kaliumbestimmung 413
Magnesiumoxid, Bestimmung von Magnesium 361
Magnesiumoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Malonaldehyd, Bestimmung in ranzigen Lebensmitteln und in Fleisch 143
Malonsäure-bis-amidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
Mangan, Reaktion mit Methylfluoron 182; capillares Verhalten wäßriger Manganlösungen 198; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; Abtrennung aus einem Gemisch 379; Bestimmung neben Quecksilber 364; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; chronopotentiometrische Bestimmung im Stahl 443; Bestimmung in Nickel 439; in Siliciumcarbid 440; in reinen Säuren 237; in Getreidekörnern 139; Bestimmung von Eisen neben Mangan 381
Mangankomplex, Reduzierbarkeit des Komplexes mit Äthylendiamindi-(o-hydroxyphenylessigsäure) 379
Manganoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Mangansulfat, röntgenanalytische Untersuchung 116
Mannose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296
Margarine, Bestimmung von Benzoesäure und Sorbinsäure 137
Martin-Schlacken, Genauigkeit der Spektralanalyse 233
Massenspektrometrie, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
Medinal, Bestimmung der Alkalisalze von Medinal 293
Meerwasser, Bestimmung von Barium-140 204
Mehl, Bestimmung beschädigter Stärkekörner 140; Bestimmung von Sojamehl in Weizenmehl 140
Mehrkomponentensysteme, Differentialphotometrie 118
Menschen, Bestimmung von Kupfer in Serum 463; Nachweis von Ascorbinsäure und ihren Metaboliten im Harn 78; Bestimmung von aromatischen Komponenten im Urin 77; Nachweis von Phenothiazinderivaten im Urin 77
Menthylsalicylat, Bestimmung im Citronenöl 144
Mercaptane, Bestimmung 302; in technischen Gasen 203
Mercaptangemische, Nachweis von flüchtigen Mercaptanen 127
2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol, zur Bestimmung von Wismut 375
Mercaptobenzthiazol, zur Bestimmung von Scandium 366
Mesoxaldehyd, Abtrennung des Bis- und Trishydrazons 134
Messing, Bestimmung von Wismut und Blei 433; organischer Lacke und Überzüge 155
Metalle, elektrographische Untersuchung 123; Bestimmung von Gasen 206; von Thorium neben Schwermetallen 44; von Tantal und Wolfram 445; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Schwefel 221; von Wolfram, Molybdän und Vanadium 213; von Eisen 225; Messung

dünner Chrom-, Zinn- und Kupfer-Oberflächenschichten 217; Bestimmung organischer Lacke und Überzüge 155
Metallfilme, Bestimmung von Restgasen 206; Kontrolle des Gasgehaltes beim Tempern unedler Metallfilme 207
Metallfluoride, Absorptionsspektren in der Schmelze 56
Metallindicatoren, Verhalten und Wirkungsweise fluorescierender Metallindicatoren 200
Metallionen, Reaktion mit Amidoximen 401
Metalloxinate, Fällung aus homogener Lösung 126
Meteoriten, Bestimmung von Tantal und Wolfram 445; von Ruthenium in Eisen- und Silicatmeteoriten 384
Methacrylat, Identifizierung von monomerem und polymerem Methacrylat 131
Methanol, Einfluß auf die Anregung von Natrium bei der flammenphotometrischen Bestimmung 277; p_H-Messungen in wasserfreiem Methanol 284; Bestimmung in Gewürzölen 139
Methionin, Abtrennung 298
4-Methoxy-2-nitranilin, zur Bestimmung von Ascorbinsäure 145
Methoxyzimtsäuren, R_f-Wert 306
Methyl-Äthylketon, Lösungsmittel zur potentiometrischen Titration schwacher Säuren 197
Methyl-allylchlorid, Bestimmung 132
Methyl-p-benzochinon, R_f-Wert 307
Methylbenzthiophene, Nachweis 127
N-Methylcalcein, Verhalten und Wirkungsweise 200
2-Methyl-4-chlorbuten-2, Bestimmung 132
Methylchlorsilangemische, differentialkonduktometrische Titration 129
Methylcyclopentan, Bestimmung in hochreinem Toluol und Benzol 153
2-Methyl-5,6-dimethoxy-p-benzochinon, R_f-Wert 307
N-Methyldiphenylamin, Nachweis 304
4-Methyldiphenylamin, Nachweis 305
N-Methyl-diphenylamin-p-sulfonsäure, Indicator bei der Bestimmung von Eisen mit Kaliumdichromat 381
2,2′-Methylen-bis(6-tert. butyl-4-methyl-phenol), Bestimmung 394
Methylenchlorid, Bestimmung in Gewürzölen 138
Methylester, Fettsäurebestimmung in biologischem Material 397
Methylfluoron, Reaktion mit einigen Metallen 181; zur Bestimmung von Antimon 175
Methylglykokoll, Entfernung bei der Betainbestimmung 312
Methylglyoxal, Polarographische Bestimmung 134; Abtrennung des Bishydrazons 134
N-Methylguanidinderivate, Thermoanalyse und Thermogravimetrie 133
Methyl-heptylsulfid, Nachweis 127
1-Methylhistidin, elektrophoretische Abtrennung 398
2-Methylindol, Bestimmung 308
Methylisobutylketon, zur Extraktion von Eisen aus Lagermetall auf Zinnbasis 214
Methyl-nitroaniline, Bestimmung in Gemischen 119
Methylsalicylat, Bestimmung in Zahnpasten 459
Methylsulfonylphenole, Bestimmung der freien o- und p-Stellungen 302
Methyltestosteron, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 67
3-Methylthiacylohexan, Nachweis 127
Methylthymolblau, zur Bestimmung von Zirkonium 49
Migrationsverfahren, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
Mikrotitrationen, in nichtwäßrigem Medium 285
Milch, Papierelektropherogramme 324; Bestimmung von Strontium 239; von Strontium-90 142; von Strontium-90, Yttrium-90, Barium-140 und Caesium-137 142; Genauigkeit der Bestimmung von Nichtfettbestandteilen in Milch 142; Gehalt an Casein und Lactoglobulin in bestrahlter Milch 322; Bestimmung von L-5-Vinyl-2-thiooxazolidon 315
Milcheiweiß, photochemische Veränderungen 321
Milchprodukte, Bestimmung der Trokkenmasse in getrockneten Milchprodukten 315
Milz, Bestimmung von Caesium-137 239
Mineralien, elektrographische Untersuchung 123; Abtrennung der Seltenen Erden 226; Bestimmung von Uran 227; von Phosphorsäure 445; von Sulfidschwefel 228
Mineralöldispersionen, Bestimmung von metallischem Lithium neben seinen Ionen 390

Mineralöle, Entfernung bei der Bestimmung von Detergentien in Ölen 393
Molkereiprodukte, Bestimmung von Natriumchlorid 393
Molybdän, Reaktion mit Methylfluoron 182; Bestimmung 201; auf Papierchromatogrammen 121; cerimetrische Bestimmung mit Hilfe der Molybdänblaureaktion 54; Abtrennung aus einem Gemisch 379; Bestimmung von Spurengehalten in Metallen 213; in Beryllium und Berylliumoxid 210; in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in wolframfreiem Stahl 221; Abtrennung aus Phosphatmineralien 227; Bestimmung in Wolframerzen 228; in reinen Säuren 237; Bestimmung von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Rhodium neben Molybdän 435
Molybdänblaureaktion, zur Bestimmung von Molybdän 54
Molybdän-Chrom-Vanadium-Stähle, Bestimmung von Wasserstoff 440
Molybdän-Nickel-Vanadium-Stähle, Bestimmung von Wasserstoff 440
Molybdän-Vanadium-Stähle, Bestimmung von Wolfram 222
Molybdän-Zirkonium-Legierungen, Bestimmung von Zinn und Blei 438
Molybdat, R_f-Wert 280; Abtrennung 282; Bestimmung von Wismut neben Molybdat 42
Monazit, Analyse 368
Monazitsand, Bestimmung von Thorium mit Arsenazo II 226
Monoacetylmorphin, Nachweis 320; Trennung von Morphin und Codein 320
Monochloressigsäure, Bestimmung 132
Monoglyceride, Analyse 134
Monosen, Trennung 297
Morphin, Identifizierung des Phenoläthers 461; Bestimmung 319; Trennung von α- und β-Monoacetylmorphin 320
Multivitaminpräparate, Bestimmung der B-Vitamine 144
Murexid, bei der Bestimmung von Calcium und Magnesium 395
Mutterkorn, Bestimmung von Lysergsäurederivaten 67
Myoglobinfraktion, Analyse auf der Schnittfläche von Rindfleisch 316
Myo-Inosit, enzymatische Bestimmung 399
Myrcen, Bestimmung in Citronenöl 458
Myristinsäure, R_f-Wert 294; Abtrennung 131
Nabam, Bestimmung 393
Nahrungsmittel, Bestimmung von Caesium-137 239; Nachweis von Siliconen 317; Bestimmung von Äthoxychin 318. — Siehe auch Lebensmittel
Naphthalinsulfonsäuren, chromatographische Trennung und Identifizierung 300
Naphthole, Titrationskurven 301; Bestimmung 394; papierchromatographische Trennung der isomeren Naphthole 303
1-Naphthylamin, zur Bestimmung von 2,2-Dinitropropan 128
2-Naphthylamin, Bestimmung der Restmengen in Yellow AB und Yellow OB 458
2-Naphthylamin-5,7-disulfonsäure, Reagens auf Naphthole 304
α-Naphthylessigsäuremethylester, Bestimmung in Kartoffeln 140
Narcotin, Bestimmung 319
Natrium, Reaktion mit Methylfluoron 182; Beeinflussung bei der flammenphotometrischen Bestimmung 276; Einfluß von Aceton, Methanol und n-Propanol auf die Flammentemperatur und die Anregung von Natrium in der Acetylen-Luftflamme 277; papierelektrophoretische Abtrennung 359; Abtrennung in Wasser 432; flammenphotometrische Bestimmung zur Analyse von Kochsalz in diätetischen Produkten 136; Bestimmung im Boden 229; in Glas 235, 236, 448; Lösungsgeschwindigkeit aus verschiedenen Gläsern zur flammenphotometrischen Bestimmung 236; Bestimmung des mit Wasser extrahierbaren Natriums in Kohlenwasserstoffen 391; Bestimmung von Sauerstoff in Natriummetall 207
Natriumacetat, Bestimmung 293
Natriumbenzoat, Bestimmung 293; Titration in nichtwäßrigem Medium 285
Natrium-Calcium-Äthylendiamintetraacetat, thermisches Verhalten 286
Natriumcarbonat, Bestimmung neben Natriumhydroxid 285; Bestimmung von Natriumhydrogencarbonat neben Natriumcarbonat 285
Natriumchlorid, Bestimmung in Flußmittelsalzen 236; in neutralen Waschmitteln und Molkereiprodukten 393; Einfluß auf die Kaliumbestimmung 413
Natrium-2,3-dimercaptopropansulfonat, zur volumetrischen Bestimmung von Zink 362

Natriumfettalkoholsulfat, Charakterisierung 392
Natriumhydrogencarbonat, thermogravimetrische Analyse 122; Bestimmung neben Natriumcarbonat 285
Natriumhydroxid, Bestimmung von Natriumcarbonat neben Natriumhydroxid 285
Natrium-p-(2-hydroxy-1-naphthylazo)-benzolsulfonat, Nachweis 304
Natriumnitroprussiat, bei der Stickstoffbestimmung im Stahl 442; zum Nachweis von Thiosemicarbazid 130
Natriumsalicylat, Bestimmung 293
Natriumsulfat, röntgenanalytische Bestimmung von Schwefel 117
Natriumsulfid, röntgenanalytische Bestimmung von Schwefel 117
Natriumsulfit, röntgenanalytische Bestimmung von Schwefel 117
Natriumthiosulfat, röntgenanalytische Bestimmung von Schwefel 117
Natriumxylolsulfonat,Charakterisierung 392
Natron-Kalkglas, Bestimmung von Calcium 9
Natronsalze von Carbon- und Nichtcarbonsäuren, Bestimmung 294
Naturstoffe, Identifizierung und Strukturbestimmung 197
Naugawhite, Bestimmung 394
Neodym, Bestimmung in Gemischen 366; Löslichkeitsprodukt des Salzes mit Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure 198
Neophanglasbrillen, zur Steigerung der Genauigkeit der Volhardschen Silbertitrationsmethode 38
Neptunium, Analyse in Gemischen 451
Neutronenaktivierungsanalyse, in der Kerntechnik 123
Neutronenstrahlen, zur Analyse organischer Verbindungen 277
Nevastain A und B, Bestimmung 394
Nichtcarbonsäuren, Bestimmung der Alkalisalze 294
Nichtfettbestandteile, Genauigkeit der Bestimmung in Milch 142
Nichtwäßriges Medium, Mikrotitrationen 285
Nickel, Verwendung von Raney-Nickel zur Reinigung von Stickstoff bei der Sauerstoffbestimmung 63; Reaktion mit Methylfluoron 182; mit Amidoximen 402; Fällung mit α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid 38; capillares Verhalten wäßriger Nickellösungen 198; elektrochromatographische Untersuchung von komplexen Lauraten 58; chromatographische Bestimmung 120, 121; Bestimmung mit o-Aminobenzaldehydäthylendiimin 58; Bestimmung in Mehrkomponentensystemen 118; Einfluß dritter Partner bei der spektrochemischen Lösungsanalyse komplexer Gemische 382; Abtrennung aus natriumtartrathaltigen Gemischen 37; Nachweis neben Eisen 123; Bestimmung mit Dimethylglyoxim neben Kobalt 384; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Zirkonium und seinen Legierungen 438; im Stahl 219; in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in Silicaten 224; Trennung von Silber in Erzen oder Legierungen 224; Bestimmung in Wolframerzen 228; in reinen Säuren 237; in Rohölen und Rohölprodukten 241; Entfernung bei der Bestimmung von Cadmium in Uran 389; spektrographische Analyse von hochreinem Nickel 439; Bestimmung von Restgasen in vakuumgeschmolzenem und spektralreinem Nickel 206; von Cadmium 218; von Quecksilber neben Ni 365; Nachweis von Kobalt neben Nickel 123; Bestimmung von Kobalt neben Nickel 217, 383
Nickel-Chromstahl, Bestimmung von Kobalt 223
Nickelelektroden, Bestimmung des aktiven Sauerstoffs in metallokeramischen Nickelelektroden 208
Nickelfluorid, Absorptionsspektrum in der Schmelze 56
Nickel-Molybdän-Vanadiumstähle, Bestimmung von Wasserstoff 440
Nickeloxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Nicotinsäure-amidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
Niederschlag, Bestimmung von Caesium-137 in radioaktivem Niederschlag 238
Nierengewebe, Bestimmung von Kobalt aus Vitamin B_{12} im Rattennierengewebe 145
Nimonic-Legierungen, Bestimmung 433
Ninhydrin, Aufbewahrung von mit Ninhydrin gefärbten Papierchromatogrammen 121; Fehlermöglichkeiten bei der Beurteilung von mit Ninhydrin gefärbten Chromatogrammen 73
Niob, Reaktion mit Methylfluoron 182; Verhalten von Phosphatkomplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374;

Bestimmung und Trennung von Tantal 377; Analyse in Gemischen 451; Bestimmung in Wasser 431; Bestimmung von Titan neben Niob 345; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207
Niob-95, Abtrennung 453; Analyse von Gemischen mit Zirkonium-95 50
p-Nitranilin, diazotiertes p-Nitranilin zur Bestimmung von phenolischen Antioxydantien 393
Nitrat, Bestimmung 197; in Pflanzensubstanzen mit 1,2,4-Xylenol 148; Ursachen von Störungen der Bestimmung in Pflanzensubstanzen 148; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Nitrilotriacetat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 185
Nitrit, Bestimmung 197; Abtrennung 282; polarographische Bestimmung in Pökellaugen 316
Nitritocobaltat(III), R_f-Wert 280; Fällungsgrad 383
p-Nitrobenzamidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
m-Nitrobenzolsulfonylchlorid, Bestimmung 128
Nitromethan, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
α-Nitro-β-nitroäthylbenzol, bei der Bestimmung von Styrol 299
Nitroparaffine, Bestimmung primärer Nitroparaffine mit salpetriger Säure 293
Nitroprussidnatrium, bei der Stickstoffbestimmung im Stahl 442
p-Nitrosodiphenylamin, Nachweis 305
Nitroso-R-Salz, zur Bestimmung von Kobalt in hochreinem Nickel 217
Nitrosoverbindungen, Bestimmung organischer Nitrosoverbindungen 128
Nitroverbindungen, Bestimmung organischer Nitroverbindungen 128
Nonylphenol, Bestimmung 394

Oberflächenaktive Stoffe, konduktometrische Bestimmung 160; Bestimmung in Gemischen mit anderen Stoffen 392
Octanole, Bestimmung 290
Öle (tierisch und pflanzlich), Arbeitsbedingungen zur Analyse 137; Bestimmung der Jodzahl 137; Identifizierung und Strukturbestimmung von Pflanzenölen 197; Identifizierung von Speiseölen 138; Bestimmung von Linalool 290; von Lösungsmittelresten in Gewürzölen 138; (Mineralöle) Bestimmung von Vanadium und Nickel in Rohölen und Rohölprodukten 241; nichtionischer Detergentien 393
Ölrückstand, Bestimmung von Vanadium und Nickel 241
Oil Red XO, Bestimmung auf Orangen 147
Olefine, Nachweis 126; papierchromatographische Untersuchung 288
Oleylaldehyd, Isolierung 73
Olivenöl, Analyse 137
Opiumalkaloide, Bestimmung 319
Orangen, Bestimmung von Teerfarbstoffen 147
Organe, Bestimmung von Caesium-137 in Organen 238; Nachweis von Trichloräthylen 82
Organische Analyse, neue Bestrebungen und Richtlinein 287
Organische Säuren, Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 285
Organische Stoffe, Diffraktionsanalyse 277; Migrationsanalyse 278; Aussalzchromatographie an Kationen- und Anionenaustauschern 280; Adsorption und Desorption an Chromatographiesäulen aus Silicagel 119; Infrarotanalyse zur Strukturbestimmung 277; Strukturbestimmung durch Gaschromatographie 196; Strukturbestimmung durch gaschromatographische Untersuchung der Pyrolyseprodukte 196, 197; Bestimmung anorganischer Beimengungen 160; Bestimmung von H, C, N, O und F 61; von Quecksilber 61; von C, H, und F 388; Mikro- und Halbmikrobestimmung von Stickstoff 62; Bestimmung von Stickstoff mit der Indantrionhydratmethode 63; von Phosphor 64; Reinigung von Stickstoff zur Sauerstoffbestimmung 63; Bestimmung von Schwefel 64, 65; von Halogen 388; Nachweis von Verbindungen, die eine Cyclopentadien-CH_2-Gruppe enthalten 299
Organoborverbindungen, Bestimmung 129
Ornithin, elektrophoretische Abtrennung 398
Orotsäure, polarographische Bestimmung 309
Orthophosphat, Bestimmung 374
Osmium, Reaktion mit Methylfluoron 182; spektralphotometrische Bestimmung 13; röntgenfluorimetrische Bestimmung 21; Abtrennung von Ruthenium 59; Bestimmung neben Platinmetallen 28

Oxalat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Oxalsäure, Oxydation an der Platinelektrode 284; Abtrennung 298
Oxalsäuredihydrat, zum Nachweis von Diphenylamin und seinen Derivaten 304
Oxazolinverbindungen, Reaktion mit salpetriger Säure 387
Oxin, zur Bestimmung von Aluminium in Aluminium-Plutonium-Legierungen 211
Oxinate, zur Trennung von Ru, Rh und Pd 59
Oxydation, bei der Pyrolyse organischer Verbindungen 198
Oxydationsprodukte, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 152

Palatinchromgrün, Reagens auf Gallium 47
Palladium, Reaktion mit Methylfluoron 182; mit Amidoximen 402; heterometrische Bestimmung mit Phenanthrolin 38; Bestimmung mit α,β-Dioximinoacetoacet-o-chloranilid 60; Abtrennung 110; papierchromatographische Abtrennung 60; Bestimmung neben anderen Platinmetallen 59; Abtrennung von Rhodium 112; von Rhodium, Iridium oder Platin 113, 114; von Iridium 111; von Platin 111; Standard bei der Bestimmung verschiedener Elemente in Silicaten 224; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228; Bestimmung von Rhodium neben Palladium 435; von Osmium neben Palladium 28
Palladium(II), Mikroheterometrische Bestimmung 60
Palmitinaldehyd, Isolierung 73
Palmitinsäure, R_f-Wert 294; Abtrennung 131
Pantothensäure, Nachweis in biologischen Flüssigkeiten 79
Papaverin, zur Bestimmung von Pt, Pd und Au 60; Einfluß auf die Bestimmung von Pt, Pd, Au 60
Papier, Bestimmung von Wasser 286
Papierchromatographie, Befeuchtungskammer 121; Gerät zur zentrifugalbeschleunigten Papierchromatographie 121; Beschreibung des Laufmittel- und Substanztransportes 279; theoretische Erörterung der Transportvorgänge 279; Auswertung von Chromatogrammen 279; quantitative Auswertung in der Spurenanalyse durch Röntgenfluorescenzspektroskopie 186; Verwendung zur Anreicherung von Ionen 119; zur Trennung anorganischer Anionen 280; zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278; Aufbewahrung von mit Ninhydrin gefärbten Papierchromatogrammen 121
3,3′4,5′,7-Pentahydroxyflavanon, zur Bestimmung von Molybdän in wolframfreiem Stahl 221
n-Pentan, Bestimmung in hochreinem Toluol und Benzol 153
3-Pentanol, Bestimmung 290
2-Pentanon, Abtrennung durch Aussalzchromatographie 280
Pentosane, Bestimmung in Böden 455
Perchlorat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Perchlorsäure, coulometrische Darstellung einer wasserfreien Lösung in Acetonitril 283
Perjodat, Abtrennung 282
Permanganat, zur Bestimmung von Hydroxylamin 50; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Peroxide, Nachweis und Trennung durch Papierchromatographie 293; Abtrennung von Wasserstoffperoxid und von organischen Peroxiden 293
Peroxytitanyl-1,2-diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraacetat, bei der photometrischen Bestimmung von Ti neben Nb und Ta 345
Pesticide, Bestimmung von elementarem Schwefel 157
Petroleum, Bestimmung von Schwefel 151
Petroleumprozesse, Bestimmung von Fluor in Wasser aus katalytischen Petroleumprozessen 205
Petroleumwachse, Bestimmung mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe 390
Pferdegehirn, Isolierung höherer Fettaldehyde aus den Gehirnphosphatiden 73
Pflanzen, Bestimmung von Strontium 239; von Phosphor-32 in lebenden Pflanzen 148; von Zuckern 149
Pflanzenfette, Bestimmung der Fettsäuren 132; Abtrennung der Sterine 78
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Bor 148; von Nitrat 148; Ursachen der Störung der Nitratbestimmung mit 1,2,4-Xylenol 148; Entfernung der die Betainbestimmung störenden Ionen 312; Bestimmung von L-5-Vinyl-2-thiooxazolidon 315

Pflanzenöle, Identifizierung und Strukturbestimmung 197
p_H-Messungen in wasserfreiem Methanol 284
p_H-Wert, Einfluß auf die Veränderungen des R_f-Wertes 121
Pharmaceutica, Titration in nichtwäßriger Lösung 66; Bestimmung von Äthinyloestradiol und Methyltestosteron 67
Phellandren, Absorptionsmaximum 457
9,10-Phenanthrachinon, Nachweis 307
Phenol, bei der Stickstoffbestimmung im Stahl 442; Retentionsvolumen 337; R_f-Wert und Farbreaktion 357; photometrische Bestimmung 301; gaschromatographische Bestimmung in Gemischen 333, 334
Phenolcarbonsäuren, Kieselgelschichtchromatographie 355
Phenole, Titrationskurven substituierter Phenole 301; Bestimmung 302; Kieselgelschichtchromatographie 355; Titration 197
Phenolische Verbindungen, Silbernitratlösung als Sprühreagens 301
Phenolsulfonsäure, Nachweis 304
Phenothiazinderivate, Nachweis im menschlichen Urin 77
Phenylalanin, Abtrennung 298; Bestimmung im Blut 74
Phenyl-allylchlorid, Bestimmung 132
N-Phenylanthranilsäure, Nachweis 304
1-Phenylazo-2-naphthylamin, Bestimmung von 2-Naphthylamin 458
N-Phenylbenzamidoxim, Reaktion mit Metallionen 402
Phenylendiamin, Nachweis und Identifizierung der Isomeren 304
Phenylfluoron, zur Tüpfelbestimmung von Germanium 372
Phenyl-1-naphthylamin, Nachweis 304
p-Phenylphenol, Bestimmung 394
Phenylschwefelsäure, Nachweis 304
Pheynlsulfonylphenole, Bestimmung der freien o- und p-Stellungen 302
Phloroglucin, R_f-Wert 306; R_f-Wert und Farbreaktionen 357
Pholcodin, Identifizierung 461
Phosphat, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; kleiner Mengen 373; Bestimmung in Düngemitteln und Phosphorbronze 455; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184; auf die Bestimmung von Nukliden in Milch 142; Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphat 374; von Hydrogenphosphat 120; von Eisen neben Phosphat 381
Phosphatdünger, Bestimmung von Calcium 9
Phosphate, Nachweis und Abtrennung höhermolekularer Phosphate 358
Phosphatgemische, Nachweis und Abtrennung höherer Phosphate 358
Phosphatide, Isolierung von Fettaldehyden aus Hirnphosphatiden 73
Phosphationen, Bestimmung von Sauerstoff-18 51
Phosphatmineralien, Abtrennung von Molybdän 227
Phosphor, Reaktion mit Methylfluoron 182; Bestimmung in Siliciumcarbid 440; in organischen Verbindungen 64
Phosphor-32, Bestimmung in lebenden Pflanzen 148
Phosphorbronze, Bestimmung von Phosphat 455
Phosphorpentoxid, Einfluß auf die Calciumbestimmung 10
Phosphorsäure, Bestimmung in natürlichen Eisenphosphaten 445; in Düngemitteln 389
Phosphorwasserstoff, Bestimmung von Resten in begastem Getreide 146
Pinakryptolgelb, zur Identifizierung von Naphthalinsulfonsäuren auf Chromatogrammen 300
Pinen, Bestimmung in Citronenöl 458; in Thymianöl 458
1-Piperidino-2-methyl-3-p-tolylpropanon, Untersuchung 66
Platin, Reaktion mit Methylfluoron 182; heterometrische Bestimmung mit Phenanthrolin 38; Abtrennung 110; papierchromatographische Abtrennung 60; Trennung von Iridium und Rhodium oder Palladium 111; von Palladium 113, 114; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228; Bestimmung in Crack-Katalysatoren 230; Bestimmung von Restgasen in physikalisch reinem Platin 206; von Osmium neben Platin 28
Platin(IV), coulometrische Bestimmung 385; mikroheterometrische Bestimmung 60
Platinbad, zur Bestimmung von Sauerstoff in Titan 437
Platinelektroden, Einfluß von Platinoxid auf die Reaktionskinetik 283
Platinelemente, Trennung an Ionenaustauschern 105
Platinmetalle, Beiträge zur analytischen Chemie 21; Bestimmung von Osmium neben den Platinmetallen 28

Platinoxid, Einfluß auf die Reaktionskinetik an Platinelektroden 283
Plutonium, Reaktion mit ÄDTA 370; Bestimmung in Wasser 431
Plutonium(IV), Bestimmung mit dem Square-Wave-Polarographen 370
Plutonium-Aluminiumlegierungen, Abtrennung von Aluminium 211
Pökellaugen, polarographische Bestimmung von Nitrit 316
Polarographie, Wechselstrompolarographie mit harmonischen Schwingungen 283
Polyäthylen, Einfluß auf das UV-Absorptionsspektrum von redestilliertem Wasser 37
Polyalkohole, Nachweis vicinaler Polyalkohole 291
Polyoxyäthylen, Bestimmung alkylierter Aryläther 393
Polyphenole, Titrationskurven 301
Polysaccharide, Bestimmung von Glucose in Hydrolysaten 314
Polythionate, Einfluß auf die Thiosulfatbestimmung 415
Porofor N, Analyse 154
Porzellanerden, Bestimmung von Kupfer 153
Potentiometrie, mit ÄDTA an Hg- und Cu-Indicatorelektroden 282
Praseodym, Löslichkeitsprodukt des Salzes mit Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure 198; Abtrennung 367; Bestimmung in Gemischen 366; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung in Wasser 431
Praseodymfluorid, Absorptionsspektrum in der Schmelze 56
Procainhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Promethium, Bestimmung in Wasser 431
Promethium-147, Abtrennung 453
Propan, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffen 391
n-Propanol, Einfluß auf die Anregung von Natrium bei der flammenphotometrischen Bestimmung 277
2-Propanol, Bestimmung 290
Propanon, Abtrennung durch Aussalzchromatographie 280
Propylen, Abtrennung aus Kohlenwasserstoffen 391
Proteine, Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 75; Untersuchung von Amöbenprotein 75; Bestimmung des wasserdispergierbaren Proteins in Sojaöl, -schrot und -mehl 136; Bestimmung in Serum 75; im Blutserum 76; Bestimmung des Amidstickstoffes 398
Proteinhydrolysate, Nachweis der Aminosäuren 73
Protocatechusäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Protocatechusäureäthylester, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Pseudoephedrin, Bestimmung in Ephedra 460
Pyridin, Lösungsmittel zur Aufnahme von Titrationskurven organischer Verbindungen 301
Pyridin-Alkalireaktion als Grundlage zur Bestimmung chlorierter aliphatischer Kohlenwasserstoffe 81
Pyridone, Zuordnung der Carbonylabsorptionen 308
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, zur Bestimmung von Uran 45; zur Bestimmung von Vanadium 53
Pyrit, elektrographische Untersuchung 123; Bestimmung von Sulfidschwefel 228
Pyrogallol, zur Bestimmung von Tantal in rostfreiem Stahl 220; R_f-Wert und Farbreaktionen 357
Pyrolyse, zur Identifizierung organischer Verbindungen 197
Pyrolyseprodukte, Untersuchung zur Identifizierung und Strukturbestimmung organischer Verbindungen 196
Pyrophosphat, Verhalten von Komplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374
Pyrrhotin, elektrographische Untersuchung 123
Pyrrol, Bestimmung 308
α-Pyrrolidon, Bestimmung neben γ-Butyrolacton 308
Pyrrolinverbindungen, Reaktion mit salpetriger Säure 387

Quecksilber, Reaktion mit Methylfluoron 182; mit Amidoximen 402; Bestimmung 200; colorimetrische Schnellbestimmung 363; photometrische Bestimmung mit Dithizon 364; coulometrische Bestimmung 365; Bestimmung in binären Gemischen 364; in organischen Verbindungen 61; spektrochemischer Nachweis in der Luft 201; Bestimmung in Siliciumcarbid 440; in biologischem Material 68
Quecksilber(II), Bestimmung mit ÄDTA 364; mit Tetraphenyloborat 42; mit Di(α-naphthyl)thiocarbazon 43

Quecksilberelektroden, für potentiometrische und amperometrische Titrationen 282
Quecksilbertropfkathode, Verhalten des Ammoniumions 373

Radioaktive Proben, Fehlermöglichkeiten bei der Messung 124
Radioaktivität, Messung in Flüssigkeitsströmen 124
Radiochemische Prozesse, Bestimmung von Fluor in Wasser aus radiochemischen Prozessen 205
Radioisotope, papierchromatographische Trennung kurzlebiger Radioisotope 121
Radium-226, Bestimmung in Produkten der Uranaufbereitung 450
Radon, kontinuierliche Messung in der Luft 430
Raffinose, Nachweis 296
Raney-Nickel, zur Reinigung von Stickstoff bei der Sauerstoffbestimmung 63
Rapsöl, Bestimmung der Fettsäuren 132
Ratten, Bestimmung des Kobalts aus Vitamin B_{12} im Nierengewebe 145; von Thallium in Exkrementen 240
Rauschgiftsüchtige, Nachweis von Monoacetylmorphin und Acetylcodein im Urin 320
Redoxindicatoren, Derivate des Variaminblaus als Redoxindicatoren 199
Redoxreaktionen, unter Benutzung von Ionenaustauschern 125
Redoxtitrationen, amperometrische Redoxtitration an Platinelektroden 284
Reduktion, bei der Pyrolyse organischer Verbindungen 198
Reduktor, Gebrauch des Silber-Reduktors 161
Resorcin, R_f-Wert und Farbreaktionen 357
β-Resorcylsäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Reststickstoff, Bestimmung in der Milch 326
9,10-Retenchinon, Nachweis 307
R_f-Werte, Veränderungen mit dem p_H-Wert 121
Rhamnose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 296
Rhenium, Reaktion mit Methylfluoron 183; differentialspektrometrische Bestimmung 57; Abtrennung aus einem Gemisch 379; spektrochemischer Nachweis in Silicatgesteinen 447
Rhenium-Titanlegierungen, Bestimmung von Rhenium 57
Rhodanid, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; Abtrennung 282; Bestimmung neben Cyanwasserstoff, Wasserstoffperoxid und Sulfationen 372; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184; auf die Bestimmung von Pt, Pd und Au 60; Bestimmung von Eisen(II)-cyaniden neben Rhodaniden 381
Rhodanidhaltige Lösungen, Bestimmung von Gold, Platin und Palladium mit Phenanthrolin 38; Bestimmung von Uran 369
Rhodanin, zum Nachweis biologisch aktiver Aldehyde 72
Rhodium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Abtrennung 110; Bestimmung neben anderen Platinmetallen 59; von Palladium oder Iridium 112; von Palladium 113, 114; Trennung von Iridium 228; von Platin 111; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228; Bestimmung neben Uran, Molybdän, Ruthenium, Palladium und Zirkonium in Uran-Brennstofflegierungen 435; Bestimmung von Osmium neben Rhodium 28
Rhodizonat, zur Mitfällung von Barium-140 in Meerwasser 204
Rinderblut, Bestimmung von Blei 70
Rinderleber, Bestimmung von Blei 70
Rinderserum, Untersuchung 75
Rindfleisch, Bestimmung von Kollagen 143; Analyse der Myoglobinfraktionen an der Schnittoberfläche 316
Rippen, Bestimmung von Caesium-137 239
Röntgenanalyse und chemische Bindung 116
Röntgenfluorescenzspektroskopie, zur Auswertung von Papierchromatogrammen in der Spurenanalyse 186
Röntgenstrahlen, zur Analyse organischer Verbindungen 277
Rogor, Bestimmung von 0,0-Dimethyl-S-(N-methylcarbamoyl)-phosphorthiothionat 393
Roheisen, Bestimmung von Zinn 441
Rohmaterial, Bestimmung von Blei 233
Rohmilch, Gehalt an Casein und Lactoglobulin 322
Rohöl, Bestimmung von Vanadium und Nickel 241
Rohölprodukte, Bestimmung von Vanadium und Nickel 241
Rohrzucker, Nachweis 296
Rotschlamm, Bestimmung von Zirkonium 234

Rubeanwasserstoffsäure, zur Bestimmung von Kupfer in Serum 463
Rubidium, Beeinflussung bei der flammenphotometrischen Bestimmung 276; papierelektrophoretische Abtrennung 359
Rückenmarksflüssigkeit, Bestimmung von Pantothensäure 79
Rundfilterchromatogramme, Transportvorgänge 279
Ruthenium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Bestimmung 384; Bestimmung und Abtrennung von kleinen Gehalten 59; Analyse in Gemischen 451; Abtrennung aus einem Gemisch 379; Bestimmung neben anderen Platinmetallen 59; Bestimmung in Wasser 431; Nachweis in Silicatgesteinen 447; Bestimmungsmethoden in Erzkonzentraten 228; Bestimmung von Rhodium neben Ruthenium 435; von Osmium neben Ruthenium 28
Ruthenium-106, Abtrennung 453

Sabadilla-Alkaloide, Bestimmung 461
Saccharose, R_f-Wert und Farbreaktion 429
Säulenchromatographie, zur Analyse organischer und anorganischer Stoffe 278
γ-Säure, diazotierte γ-Säure zur Bestimmung von Calcium 361
Säurechlorid, Bestimmung des effektiven Gehaltes in Carbonsäurechloriden 132
Säuregrad, Bestimmung in der Milch 328
Säurekonzentration, Einfluß auf die Fluorescenz von Chininsulfat in Gegenwart von Chlorionen 352
Säuren, Analyse von Säuren höchster Reinheit 236; Titration organischer und anorganischer Säuren in nichtwäßriger Lösung 197; Titration schwacher Säuren bei Verwendung einer Aluminiumelektrode 284; potentiometrische Titration schwacher Säuren in wasserfreier methyläthylketonischer Lösung 197; Bestimmung organischer Säuren in nichtwäßrigem Medium 285; der Alkalisalze organischer Säuren durch Titration in nichtwäßriger Lösung 293; Bestimmung von Säure in Terephthalsäuredimethylester 392
Safloröl, Analyse 137
Salicylsäure, Titration in nichtwäßriger Lösung 66; Bestimmung der Natrium- und Lithiumsalze 293
Salpetrige Säure, zur Bestimmung primärer Nitroparaffine 293; Reaktion mit Pyrrolin- und Oxazolinverbindungen 387; Einwirkung auf Aminosäuren 387
Salze, Titration saurer Salze in nichtwäßriger Lösung 66
Salze organischer Säuren, Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 285
Salzgemische, Bestimmung von Thorium in fluoridhaltigen Salzgemischen 454
Salzkonzentration, Beeinflussung der Fluorescenz von Chininsulfat 406
Salzlösungen, capillares Verhalten 198
Salzsäure, hochfrequenztitrimetrische Analyse 285; Bestimmung in Säurechloriden 132
Samarium, Bestimmung in Gemischen 366
Santochin, Bestimmung in Nahrungs- und Futtermitteln 318
Sauerstoff, Reduktion an der Platinelektrode 284; Mikrobestimmung 285; Bestimmung in der Atemluft 202; Bestimmung von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff in Metallen 207; Bestimmung in Natriummetall 207; an Silberoberflächen 259; in Titan 437; in Zirkonium und -legierungen 208; im Stahl 443; in Yttriumfluorid durch Vakuumdestillation 230; des aktiven Sauerstoffs in aufgeladenen metallokeramischen Nickelelektroden 208; Reinigung des Stickstoffs zur Sauerstoffbestimmung in organischen Verbindungen 63; Bestimmung in organischen Verbindungen 61; in Erdölfraktionen 150
Sauerstoff-18, Bestimmung in Phosphationen 51
Scandium, gravimetrische Bestimmung 366; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung in Silicaten 224
Scheelite, Bestimmung von Spurenelementen 228
Schlacken, Genauigkeit der Spektralanalyse von Martin-Schlacken 233; Bestimmung von Kupfer 232; von Calcium in Hochofenschlacke 9; von Aluminium in eisenmetallurgischen Schlacken 232; von Eisen 225
Schlamm, Bestimmung von Zirkonium in Rotschlamm 234
Schmieröle, Strukturanalyse 150; Halbmikroverfahren zur chromatographischen Untersuchung 391
Schnittfläche von Rindfleisch, Analyse der Myoglobinfraktionen 316

Schwefel, Bestimmung 393; Bestimmung der Kα-Linie 117; Bestimmung in Eisen, Stahl und Kobalt 221; von Sulfid-Schwefel in Mineralien 228; in organischen Verbindungen 64, 65; Nachweis in Thioäther- und Thioketongruppen 456; Bestimmung in Petroleumprodukten 151; von verschieden gebundenem Schwefel in Sulfitablaugen 153; von elementarem Schwefel in Pesticiden 157; Bestimmung kleiner Selengehalte 454
Schwefelanionen, colorimetrische Bestimmung 415, 422
Schwefelhaltige Salze, Bestimmung von Selen 454
Schwefelkohlenstoff, Pyrolysereaktion 198; titrimetrische Bestimmung 294
Schwefelsäure, Bestimmung der Konzentration im Bereich von 80—99% 377
Schwefelverbindungen, Identifizierung organischer Schwefelverbindungen 127
Schwefelwasserstoff, Bestimmung in technischen Gasen 203
Schweinefett, Analyse 137
Schwere Elemente, Analyse mit γ-Absorptiometer 124
Schwermetalle, Bestimmung von Thorium neben Schwermetallen 44
Schwingungen, Wechselstrompolarographie mit harmonischen Schwingungen 283
Scopolamin, Abtrennung 461
Sebacinsäure, Dissoziationskonstanten und Löslichkeitsprodukte verschiedener Salze 198
Selachylalkohol, Bestimmung 313
Selen, Reaktion mit Methylfluoron 183; fluorimetrische Bestimmung 377; Bestimmung in Legierungen 215; in elementarem Schwefel und schwefelhaltigen Salzen 454; Bestimmung von Gallium in Selen 47
Selenat, Nachweis neben Selenit 54
Selenit, zur Bestimmung von Kobalt 384; R_f-Wert 280; Abtrennung 280; Nachweis von Selenat neben Selenit 54
Selenlegierungen, Analyse 215
Seltene Erden, Linienspektren 366; papierchromatographische Abtrennung 122; Bestimmung in Gemischen 366, 451; Abtrennung aus Gemischen 452; Abtrennung von Thorium 368; Bestimmung im Wasser 431; Abtrennung aus Mineralien 226
Serin, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387; papierchromatographische Bestimmung 280; Abtrennung 298
Serotonin, Bestimmung 308
Serpentinit, Bestimmung von Calcium 9
Serum, Untersuchung von Rinderserum 75; Bestimmung von Kupfer mit Rubeanwasserstoffsäure 463; von Calcium und Magnesium 395; von Chlorid 464; von Cystin 74; von Protein 75; von Vitamin A 77
Sesamöl, Analyse 137
Shikimisäure, Bestimmung 307
Silane, Bestimmung von Wasserstoff 237
Silber, Reaktion mit Methylfluoron 181; mit Amidoximen 402; capillares Verhalten wäßriger Silberlösungen 198; Fällung mit Tetraphenyloborat 410; Steigerung der Genauigkeit der Volhardschen Silbertitrationsmethode durch Neophanglasbrillen 38; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; Bestimmung in Gesteinen 225; Trennung in Erzen oder Legierungen von Kobalt oder Nickel 224; Bestimmung in Erzkonzentraten 228; in Siliciumcarbid 440
Silbernitratlösung, als Sprühreagens bei der Analyse phenolischer Verbindungen 301
Silberoberflächen, Bestimmung von Sauerstoff 259
Silberreduktor, Gebrauch 161
Silicagel, Adsorption und Desorption von organischen Verbindungen an Säulen aus Silicagel 119
Silicate, Mikroanalyse 447; Bestimmung geringer Konzentrationen von verschiedenen Elementen 224
Silicatgesteine, Nachweis von Edelmetallen und Rhenium 447
Silicatisches Material, Bestimmung von Tantal und Wolfram 445
Silicatmeteorite, Bestimmung von Ruthenium 384
Silicium, Bestimmung in Nickel 439; aktivierungsanalytische Bestimmung von Cu, Ga und Sb in Reinsilicium 212
Siliciumcarbid, spektrographische Analyse von hochreinem Siliciumcarbid 439
Siliciumdioxid, Einfluß auf die Calciumbestimmung 10
Silicomolybdänsäure, zur Bestimmung der löslichen Kieselsäure 48
Silicone, Nachweis in Nahrungsmitteln und biologischem Material 317

Simaruba amara, R_f-Wert des aus der Pflanze isolierten 2,6-Dimethoxy-p-benzochinons 307
Sirupe, Identifizierung von Pholcodin und anderen Alkaloiden 461
β-Sitosterin, Abtrennung 78
Skatol, Bestimmung 308
Sojamehl, Bestimmung im Weizenmehl 140; Bestimmung des wasserdispergierbaren Proteins 136
Sojaöl, Bestimmung des wasserdispergierbaren Proteins 136
Sojaschrot, Bestimmung des wasserdispergierbaren Proteins 136
Soladulcidin, Bestimmung in Solanum dulcamara L. 462
Solaningehalt, Zusammenhang mit der Anticholinesterasewirkung in Kartoffeln 141
Solanum dulcamara L., Bestimmung der Glykoalkaloide 462
Sorbinsäure, Bestimmung in Margarine und Butter 137
Sorbose, R_f-Wert und Farbreaktion 429
Spaltelemente, Einfluß auf die Zirkoniumbestimmung in Uranlegierungen 212
Spaltprodukte, Auftrennung von Gemischen langlebiger Spaltprodukte 453; Konzentrierung in Wasser durch Verwendung von Ammonium-12-molybdophosphat 203; Bestimmung in Wasser 431
Spartein, chromatographische Bestimmung 120
Speiseöle, Identifizierung 138
Spektralanalyse, Lösungsspektralanalyse im kondensierten Funken mit rotierender Funkenstrecke 117; Lösungsspektralanalyse an zwei rotierenden Elektroden 117; Verwendung der Porous-cup-Methode 201
Spielzeugfarben, Bestimmung von Blei in metallischen Spielzeugfarben 237
Sporen, Bestimmung von Getreidebrandsporen in Weizen 140
Spurenanalyse, Auswertung von Papierchromatogrammen mit Röntgenfluorescenzspektroskopie 186
Stärke, Bestimmung auf titrimetrischem, colorimetrischem und polarimetrischem Wege 314; Bestimmung in Verbandstoffen 457; Bestimmung von Glucose in Hydrolysaten 314
Stärkekörner, Bestimmung beschädigter Stärkekörner in Mehl 140
Stahl, Analyse elektrolytisch isolierter Gefügebestandteile 218; Bestimmung von Wasserstoff 219, 440; von Kupfer und Nickel 219; des säurelöslichen Aluminiums 220; von Kohlenstoff 220; von Zinn 441; von Stickstoff 442; von Vanadium 53; von Tantal 220; von Sauerstoff 443; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Schwefel 221; von Molybdän in wolframfreiem Stahl 221; von Wolfram in hochlegierten Stählen 222; von Wolfram in niob-, tantal- und titanhaltigen Stählen 222; von Spurengehalten Wolfram, Molybdän und Vanadium 213; chronopotentiometrische Bestimmung von Mangan 443; Bestimmung von Kobalt 444; von Kobalt in Chrom-Nickelstahl 223; organischer Lacke und Überzüge 155
Statistik, richtige Fehlerberechnung und Vertrauensgrenzen indirekter Analysen 266; Anwendung der mathematischen Statistik im chemischen Industrielaboratorium 201
Staub, spektralphotometrische Berylliumbestimmung 202
Stearinaldehyd, Isolierung 73
Stearinsäure, R_f-Wert 294; Abtrennung 131
Sterine, papierchromatographische Bestimmung und Trennung 78
Sterische Hinderung, Untersuchung durch Diffraktionsanalyse 277
Sternanis, Bestimmung der ätherischen Öle 457
Steroidchemie, Analyse durch Infrarotspektrometrie 277
Steroide, Farbreaktion 400; Identifizierung und Strukturbestimmung 197; papierchromatographische Bestimmung 78
Stickstoff, anomale Reaktionen bei der Aminostickstoffbestimmung in Sulfonsäureamiden 387; anomale Reaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure auf Aminosäuren 387; anomale Reaktionen bei der Reaktion von Pyrrolin und Oxazolinverbindungen mit salpetriger Säure 387; Reinigungsmethode zur Sauerstoffbestimmung 63; Schnellbestimmung 62; Mikrobestimmung 285; Bestimmung im Stahl 442; in organischen Verbindungen 61; Mikro- und Halbmikrobestimmung in organischen Verbindungen 62; in organischen Verbindungen mit Hilfe der Indantrionhydrat-Methode 63; Bestimmung des Caseinstickstoffs, des Lactoglobulinstickstoffs, des Gesamtstickstoffs, des Aminostickstoffs und des Ammoniak-

stickstoffs in der Milch 325—328; von Ammoniakstickstoff im Wein 310; Bestimmung in biologischem Material 71; des Amidstickstoffes in Proteinen 398
Stickstoffverbindungen, Titration heterocyclischer Stickstoffverbindungen in nichtwäßriger Lösung 66
Stigmasterin, Abtrennung 78
Störpartner, flammenspektrometrische Bestimmung von Calcium neben Störpartnern 1
Stoffwechselprodukte, Untersuchung von schwach aktiven Stoffwechselprodukten 238; Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 80
Streifenchromatogramme, Transportvorgänge 279
Strontium, Verwendung als innerer Standard und Normalisator bei der Calciumbestimmung 1; capillares Verhalten wäßriger Strontiumlösungen 198; Abtrennung 41; saubere radiochemische Trennung 361; Analyse in Gemischen 451; Trennung von Calcium durch Ionenaustausch in Gegenwart von ÄDTA 41; Abtrennung in Wasser 432; Anreicherung in Wasser 204; Bestimmung in Wasser 431; in Glas 236; in Knochen, Milch und Pflanzen 239
Strontium-90, Abtrennung 453; Bestimmung in Milch 142; in der Leber von Fischen 238
Struktur, röntgenanalytische Bestimmung 116; Anwendung der Infrarotanalyse zur Strukturbestimmung organischer Verbindungen 277; Bestimmung durch dielektrische Messungen 282
Strychnin, Bestimmung in Tinkturen und Extrakten 462
Strychninsulfat, Bestimmung in Alkaloidgemischen 459
Strychnosextrakt, Bestimmung von Strychnin und Brucin 462
Strychnostinktur, Bestimmung von Strychnin und Brucin 462
Styphen I, Bestimmung 394
Styrol, polarographische Bestimmung 299
Styrolpseudonitrosit, bei der Bestimmung von Styrol 299
Substanztransport, in der Papierchromatographie 279
Sulfanilsäure, zur Bestimmung von 2,2-Dinitropropan 128; diazotierte Sulfanilsäure zur Bestimmung von Calcium 361
Sulfat, Nachweis in einem Tropfen 54; Bestimmung 197; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 285; Abtrennung 282; Bestimmung in Gewebshomogenisaten 72; im Blutserum und Urin 72; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184; Bestimmung von Rhodanid neben Sulfat 372; von Orthophosphat neben Sulfat 374
Sulfate von Aminen, Titration in nichtwäßriger Lösung 66
Sulfhydryl, zur Bestimmung von Quecksilber, Gold, Kupfer oder Hexacyanoferrat(III) 365
Sulfid, für analytische Trennungen 91; Bestimmung 197; mercurimetrische Titration neben Dithionit 350
Sulfidabfallaugen, Bestimmung von Antimon in Sulfidabfallaugen der hydrometallurgischen Behandlung der Kupfer-Antimon-Konzentrate 234
Sulfit, Bestimmung 197; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Sulfitablaugen, Bestimmung von Sulfonat- und anderem Schwefel 153
Sulfonatschwefel, Bestimmung in Sulfitablaugen 153
Sulfonsäureamide, Anomalie bei der Bestimmung von Aminostickstoff in Sulfonsäureamiden 387
Sulfonsäuren, Titrationskurven 301
Sulfonylchloridgruppe, Bestimmung 127
Suppositorien, Identifizierung von Pholcodin und anderen Alkaloiden 461
Syringaaldehyd, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Syringasäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357

Tabletten, Identifizierung von Pholcodin und anderen Alkaloiden 461
Tantal, Reaktion mit Methylfluoron 183; Bestimmung und Trennung von Niob 377; Bestimmung in rostfreiem Stahl 220; in Gesteinen und Meteoriten 445; in Gesteinen durch Neutronenaktivierungsanalyse 446; Bestimmung von Titan neben Tantal 345
Tartrat, Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Tartrazin, zur Bestimmung von Zirkonium(IV) neben Uran(VI) 372
Taurin, elektrophoretische Abtrennung 398
Technetium, Abtrennung aus einem Gemisch 379
Teerfarbstoffe, Bestimmung auf Orangen 147

Tellur, Reaktion mit Methylfluoron 183; Bestimmung in Wasser 431; in Legierungen 216; Bestimmung von Aluminium 216
Tellur-127m, Abtrennung an Ionenaustauschern 52
Tellur(IV), Trennung von Uran(VI) 378
Tellurat, R_f-Wert 280
Tellurit, R_f-Wert 280; Abtrennung 280
Tellurlegierungen, Analyse 215
Terbium, Bestimmung in Gemischen 366
Terephthalsäuredimethylester, Bestimmung von Spuren Säure 392
p-Terphenyl, zur Analyse von Zirkonium-Niobium-Gemischen 50
Terphenylchlorid, Bestimmung 132
γ-Terpinen, Bestimmung in Citronenöl 458
Terpineol, Absorptionsmaximum 457
Terpinolen, Bestimmung in Citronenöl 458
Tetrachloräthan, Nachweis 89
Tetrachloräthylen, Nachweis 89
Tetrachlorkohlenstoff, pyrolytische Reaktion 198; Nachweis 82, 89; in der Luft 82; in der Luft und im Boden 82; in Getreideerzeugnissen 82
Tetrachlorphthalsäure, Dissoziationskonstanten und Löslichkeitsprodukte verschiedener Salze 198
Tetracyanoniccolat, zur Bestimmung von Jodid und Chlorid nebeneinander 378
Tetrahymena pyriformis, zum Nachweis von Pantothensäure 79
Tetraphenyloborat, zur Kaliumbestimmung mit Dimethylgelb als Adsorptionsindicator 409; zur Fällung von Silber und Thallium 410; zur Bestimmung von Quecksilber(II) 42
Tetrathionat, Einfluß auf die Trithionatbestimmung 425
Thallium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Fällung mit Tetraphenyloborat 410; Bestimmung in Gesteinen 225; in Siliciumcarbid 440; in biologischem Material 240
Thallium(I), oxydimetrische Bestimmung 371
2-Thenoyltrifluoraceton, zur Extraktion von Cer(IV) 44; von Uran 46; Bestimmung von Fluor in 2-Thenoyltrifluoraceton 55
Theophyllin, Bestimmung 460
Thermogravimetrie, Erweiterung 122
Thiamin, Bestimmung der reversibel oxydierbaren Formen in tierischem Gewebe 400
Thiamindisulfid, Bestimmung in tierischem Gewebe 400
Thiaminphosphorsäureester, Bestimmung in tierischem Gewebe 400
1-(2-Thiazolylazo)-2-naphthol-Struktur von metallochromen Indicatoren 286
Thioäthergruppen, Nachweis von Schwefel 456
2-Thiobarbitursäure, zur Bestimmung von Malonaldehyd in ranzigen Lebensmitteln und in Fleisch 143
4,4′-Thio-bis(6-tert.-butyl-2-methylphenol), Bestimmung 394
Thiocol, Bestimmung der Isomeren 303
Thiocyanat, R_f-Wert 280; Bestimmung 197; Abtrennung 282; Bestimmung neben Cyanwasserstoff, Wasserstoffperoxid und Sulfationen 372; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184; auf die Bestimmung von Pt, Pd und Au 60; Bestimmung von Eisen(II)-cyaniden neben Thiocyanaten 381
Thiocyanathaltige Lösungen, Bestimmung von Gold, Platin und Palladium mit Phenanthrolin 38; Bestimmung von Uran 369
Thioglykolat-Quecksilberkomplex, zur Bestimmung von Quecksilber, Gold, Kupfer oder Hexacyanoferrat(III) 365
Thioketongruppen, Nachweis von Schwefel 456
Thiosemicarbazid, Nachweis 130
Thiosulfat, Bestimmung 197; colorimetrische Bestimmung 415; Abtrennung 282; mercurimetrische Titration neben Dithionit 350; Einfluß auf die Antimonbestimmung 184
Thorium, Löslichkeitsprodukt des Salzes mit Sebacin- und Tetrachlorphthalsäure 198; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; Abtrennung 281; Trennung von den Seltenen Erden 368; Bestimmung in Gegenwart von anderen Metallen 44; Bestimmung im Monazitsand mit Arsenazo II 226; in gepulverten Feststoffen 46; in fluoridhaltigen Salzgemischen 454
Thoriumchloranilat, zur Bestimmung von Fluor in verschiedenen Wasserproben 205
Thoriumfluorid, Bestimmung von Thorium 454
Thorium-Kernbrennstoffe, Bestimmung der Uran-233-Bildungsrate 223
Thoriumoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Threonin, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387

Thulium, Bestimmung in Gemischen 366
Thymianöl, gaschromatographische Untersuchung 458
Thymol, Bestimmung in Thymianöl 458
Tiron, zur photometrischen Bestimmung von Cer 367
Titan, Reaktion mit Methylfluoron 183; Verhalten von Phosphatkomplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374; Reduktion im Silberreduktor 161; Bestimmung 201; photometrische Bestimmung neben Niob und Tantal als Peroxytitanyl-1,2-diaminocyclohexan-N,N,N′,N′-tetraacetat 345; Bestimmung in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in Ferrotitan 163; in Hochtemperaturlegierungen 432; in Nickel 439; in reinen Säuren 237; in n-Butyltitanat 453; Einfluß dritter Partner bei der spektrochemischen Lösungsanalyse komplexer Gemische 382; Einfluß auf die Bestimmung von Al und Fe in hochgereinigtem Mg 434; Bestimmung von Zirkonium mit Brenzcatechinviolett 215; von Sauerstoff 437
Titan(IV), Bestimmung in Ascorbinsäureelektrolyt 48
Titandioxid, Bestimmung des Eisens in mit Titandioxid nicht glänzend gemachten Acrylfasern 154
Titanlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 49, 215
Titan-Rheniumlegierungen, Bestimmung von Rhenium 57
Titrationen, potentiometrische und amperometrische Titrationen mit ÄDTA an Hg- und Cu-Indicatorelektroden 282; Mikrotitrationen in nichtwäßrigem Medium 285
Titrimeter, Hochfrequenztitrimeter nach Pungor 285
o-Tolidin, Bestimmung 305
Toluol, Bestimmung in der Luft 431; Bestimmung anderer Kohlenwasserstoffe 153
1-o-Tolylazo-2-naphthylamin, Bestimmung von 2-Naphthylamin 458
N-Tolylsulfoncarbazol, Nachweis 305
Tomatidin, Bestimmung in Solanum dulcamara L. 462
Toxikologie, Verwendung der Dünnschichtchromatographie 319; Erkennung unbekannter Aminoverbindungen 320
Trägerelektrophorese, Kühlung mit Metallplatten bei der Elektrophorese mit höheren Spannungen 281
Tranquilizer, quantitative Bestimmung im tierischen Gewebe 77
Transportvorgänge, in der Papierchromatographie 279
Trichloräthylen, Nachweis 89; Bestimmung in Gewürzölen 138; Nachweis in biologischem Material und in der Luft 82; in Urin und Organen 82
Trichlorbenzol, Bestimmung im Wasser 205
Trichloressigsäure, Nachweis 82
Trifluorperoxylessigsäure, zur Bestimmung von Bor in Borhydriden und Organoborverbindungen 129, 130
Triglyceride, Bestimmung gesättigter Triglyceride in Fetten 312
Trihydroxyazofarbstoffe, zur Lumineszenzbestimmung von Gallium 47
3,3′,4′-Trihydroxyfuchson-2″-sulfonsäure, zur Bestimmung von Aluminium 43
Trikresylphosphat, Bestimmung der Isomeren in technischem Trikresylphosphat 155; Bestimmung von o-Kresol 333
Trimethylammoniumjodid, Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 286
Trimethyl-benzylammoniumjodid, Bestimmung in nichtwäßrigem Medium 286
Trinitrotoluol, Titrationskurven in Pyridin und Wasser 302
Tri-n-octylphosphinoxid, zur Bestimmung von Eisen in Beryllium oder -oxid 209
Triphylin, Bestimmung von Phosphorsäure 445
Tripolyphosphat, Verhalten von Komplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374
Tris(nonyl-phenyl)-phosphit, Bestimmung 394
Triterpenoide, papierchromatographische Bestimmung 78
Trithionat, colorimetrische Bestimmung 422; Bestimmung in Gegenwart von Tetrathionat 425
Tritium, Bestimmung in Wasser 204
Trockenmasse, Bestimmung in getrockneten Milchprodukten 315; der fettfreien Trockenmasse in Butter 313
Tropaeolin 00, Nachweis 304
Tryptamin, Bestimmung 308
Tryptophan, Abtrennung 298
D,L-Tryptophan, Bestimmung 308
Tyrosin, Nebenreaktionen bei der Einwirkung von salpetriger Säure 387

Überzüge, Bestimmung organischer Überzüge auf metallischen Unterlagen 155
Ultraviolettspektren, automatische Registrierung von derivativen Ultraviolettspektren 118
Ultraviolettspektroskopie, mit polarisiertem Licht 117
Umbellikomplexon, Herstellung und Eigenschaften 199
Unithiol, zur Bestimmung von Zink 362
Uracil-4-carbonsäure, Bestimmung 309
Uran, Reaktion mit Methylfluoron 183; mit Amidoximen 402; Bestimmungs- und Abtrennungsmethoden 44; lumineszenzanalytische Bestimmung 369; spektralphotometrische Bestimmung nach Extraktion mit Thenoyltrifluoraceton 46; polarographische Bestimmung mit dem Kathodenstrahlpolarographen 369; polarographische Bestimmung in thiocyanathaltigen Lösungen 369; Bestimmung mit Arsenazo 368; mit 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol 45; Abtrennung 281; Bestimmung in Wasser 431; in Mineralien und Erzen 227; in gepulverten festen Proben 46; Bestimmung von Wasserstoff 434; von Spuren Cadmium 389; von Bor in metallischem Uran 43; von Thorium neben Uran 44; von Rhodium neben Uran 435
Uran(VI), Trennung von Tellur(IV) 378; Bestimmung von Zirkonium(IV) neben Uran(VI) mit Tartrazin 372
Uranaufbereitung, Bestimmung von Radium-226 450
Uran-233-Bildungsrate, Bestimmung in Thorium-Kernbrennstoffen 223
Uran-Brennstofflegierungen, Abtrennung von Rhodium von U, Mo, Ru, Pd und Zr 435
Urandioxid, polarographische Prüfung der stöchiometrischen Zusammensetzung 370
Uran-Fissiumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 434
Uranfluorid, Bestimmung von Thorium 454
Uranlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 212
Uransalz, Bestimmung von Kupfer, Blei und Cadmium 450
Uranspaltprodukte, Bestimmung von Cer-144 453
Urantetrafluorid, Absorptionsspektrum in der Schmelze 56
Uranylionen, spektralphotometrische Bestimmung 46; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121
Uranyloxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Uranylsulfatlösungen, Bestimmung von Chlorid 451
Urin, Bestimmung von Sulfat 72; Nachweis von Trichloräthylen 81; Bestimmung von Zucker 399; von aromatischen Komponenten 77; Nachweis von Phenothiazinderivaten 77; von Pantothensäure 79; Untersuchung bei Rauschgiftsüchtigen auf Monoacetylmorphin und Acetylcodein 320. — Siehe auch Harn

Vakuumschmelzapparatur, mikroanalytische Apparatur zur Bestimmung von Gasen in Metallen 206
Valin, Abtrennung 298
Vanadat, R_f-Wert 280; Abtrennung 280, 282
Vanadium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Mikronachweis durch Säulenchromatographie 53; colorimetrische Bestimmung 376; spektralphotometrische Bestimmung mit α-Pyridyl-β-azonaphthol 53; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; gravimetrische Bestimmung im Halbmikromaßstab 376; Abtrennung 281; Bestimmung von Spurengehalten in Metallen 213; in Eisen und Stahl 53; in Gefügebestandteilen von Stahl 218; in Silicaten 224; in Wolframerzen 228; in Rohölen und Rohölprodukten 241; Bestimmung von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207
Vanadium(IV), Oxydation an der Platinelektrode 284
Vanadium(V), Reduktion an der Platinelektrode 284
Vanadium-Chrom-Molybdänstähle, Bestimmung von Wasserstoff 440
Vanadium-Molybdänstähle, Bestimmung von Wolfram 222
Vanadium-Nickel-Molybdänstähle, Bestimmung von Wasserstoff 440
Vanadiumoxid, Bestimmung von Vanadiumoxiden nebeneinander in Kontaktkatalysatoren auf Kieselgurgrundlage 230
Vanillin, R_f-Wert und Farbreaktionen 357; polarographische Bestimmung 165; Gehaltsbestimmung 168; Bestimmung in Zucker 168
Vanillinsäure, R_f-Werte und Farbreaktionen 357
Vanillinzucker, Gehaltsbestimmung 168

Variaminblau, Derivate als Redoxindicatoren 199
Veratrinsulfat, Bestimmung in Alkaloidgemischen 459
Verbandstoffe, Methode zur Bestimmung der Stärke 457
Verbrennungsapparatur, für die Elementaranalyse 385
Versorgungsleitungen, Bestimmung von Blei in Wasser aus öffentlichen Versorgungsleitungen 204
Vertrauensgrenzen, indirekter Analysen 266
Verunreinigungen, Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; spektrographische Bestimmung in hochreinem Nickel 439
Viehfutter, flammenphotometrische Calciumbestimmung 156
Vier-Temperaturenprobe, zur Identifizierung von Speiseölen 138
L-5-Vinyl-2-thiooxazolidon, Bestimmung in pflanzlichem Material und in Milch 315
Vitamin A, Bestimmung im Serum 77
Vitamin B_{12}, Bestimmung des Kobaltgehaltes 145
Vitamine, Bestimmung von B-Vitaminen in Multivitaminpräparaten 144
Vitaminpräparate, Bestimmung des Kobalts aus Vitamin B_{12} 145
Volumetrie, Diphenylcarbazon als interner Indicator 19
Vorsättigung, Einfluß auf die Laufmittelgeschwindigkeit in der Papierchromatographie 279

Waschmittel, Methoden der Prüfung 159; Bestimmung von Natriumchlorid 393
Wasser, UV-Spektrum von redestilliertem Wasser, das in einer Polyäthylenflasche aufbewahrt war 37; Lösungsmittel zur Aufnahme von Titrationskurven organischer Verbindungen 301; Analyse im ternären System mit Cyclohexanon und Cyclohexanol 198; Bestimmung in Papier 286; Bestimmung von einigen Stoffen 431; Verwendung von Ammonium-12-molybdophosphat zur Konzentrierung von Spaltprodukten 203; hochfrequenztitrimetrische Untersuchung von Donauwasser und Leitungswasser 285; Bestimmung von Tritium 204; Trennung von Alkali- und Erdalkalimetallen 432; Bestimmung von Barium-140 in Meerwasser 204; von Blei im Wasser aus öffentlichen Versorgungsleitungen 204; von Fluor in Wasserproben aus radiochemischen Prozessen, katalytischen Petroleum-Prozessen und bei der Behandlung von Zahnkaries 205; von Trichlorbenzol 205
Wasserstoff, Mikrobestimmung 285; Bestimmung in Uran und Zirkonium 434; im Stahl 219, 440; in Silanen 237; in organischen Verbindungen 61, 388
Wasserstoffbrücken, Untersuchung durch Diffraktionsanalyse 277
Wasserstoffperoxid, Abtrennung von organischen Peroxiden 293; Bestimmung von Rhodanid neben Wasserstoffperoxid 372
Wechselstrompolarographische Analyse, mit harmonischen Schwingungen 283
Wein, Bestimmung von Kohlendioxid 309; von Ammoniakstickstoff 310
Weinsäure, Abtrennung 298
Weizen, Bestimmung von Getreidebrandsporen 140
Weizenmehl, Bestimmung von Sojamehl 140
Wingstay S und T, Bestimmung 394
Wismut, Reaktion mit Methylfluoron 181; Verhalten von Phosphatkomplexen an der Quecksilbertropfelektrode 374; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; Bestimmung mit radioaktiv markierter Kobalthexamminlösung 39; komplexometrische Bestimmung mit Xylenolorange als Indicator 42, 375; Bestimmung mit 2-Mercapto-5-anilino-1,3,4-thiodiazol 375; Abtrennung 281; Abtrennung mit Alkalilauge neben ÄDTA 52; Bestimmung neben Zink und Blei 42; neben Blei 376; neben Molybdat 42; Bestimmung in Legierungen 216; in leichtschmelzenden Legierungen 215; in Kupfer und Messing 433; in Wolframerzen 228; in Siliciumcarbid 440; in reinen Säuren 237
Wismutlegierungen, Analyse 215
Wolfram, Reaktion mit Methylfluoron 183; Bestimmung 201; von Spurengehalten in Metallen 213; in hochlegierten Stählen 222; in Gesteinen und Meteoriten 445
Wolframat, zur Bestimmung von Kobalt 383, 384; R_f-Wert 280; Abtrennung 280
Wolframchelat des Alizarin-3-sulfonates, Zusammensetzung und Stabilität 30
Wolframerze, Spektralanalytische Untersuchung 228
Wollextrakte, Bestimmung nichtionischer Detergentien 393

Xanthokomplexon, Herstellung und Eigenschaften 199
Xanthurensäure, Nachweis im Harn 80
Xylenol, gaschromatographische Untersuchung in Gemischen 333, 334
1,2,4-Xylenol, zur Bestimmung von Nitrat im Pflanzenmaterial 148
Xylenolorange, bei der Bestimmung von Wismut und Blei 375
Xylol, Bestimmung in der Luft 431
Xylose, R_f-Wert und Farbreaktion 429; Nachweis 297
1-Xylylazo-2-naphthol, Bestimmung auf Orangen 147

Yellow AB und OB, Bestimmung von 2-Naphthylamin 458
Ytterbium, Bestimmung in Gemischen 367
Yttrium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Abtrennung 41; Bestimmung in Gemischen 366; Abtrennung aus Gemischen 452; Anreicherung in Wasser 204
Yttrium-90, Abtrennung 453; Bestimmung in Milch 142; in der Leber von Fischen 238
Yttriumfluorid, Bestimmung von Sauerstoff durch Vakuumdestillation 230

Zahnkaries, Bestimmung von Fluor in Wasser bei der Behandlung von Zahnkaries 205
Zahnpasten, Bestimmung von Methylsalicylat und Hexachlorophen 459
Zement, Bestimmung von Calcium 9
Zimtsäure, Titration des Natriumsalzes in nichtwäßriger Lösung 285
Zink, Reaktion mit Methylfluoron 183; capillares Verhalten wäßriger Zinklösungen 198; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; allgemein anwendbare komplexometrische Bestimmungsmethode 42; komplexometrische Bestimmung 382; mit Xylenolorange als Indicator 42; Bestimmung mit Unithiol 362; Abtrennung 41, 281; Analyse in Gemischen 451; Bestimmung neben Quecksilber 364; neben Blei oder Wismut 42; Bestimmung und Nachweis in der Luft 430; Bestimmung in Kupfer 208; in Kupfer-, Aluminium- und Zirkoniumlegierungen 433; in Chrom 216; in Nickel 439; in Erzen 444; in synthetischen Anhydritproben 228; in Siliciumcarbid 440; im Glas 448; in reinen Säuren 237; in Getreidekörnern 139; in Insulinpräparaten 456; Entfernung bei der Cadmiumbestimmung 389; Bestimmung von Kupfer 232; von Kobalt neben Zink 383
Zink-65, Bestimmung in der Leber von Fischen 238
Zinkamalgam, zur Bestimmung von 2,2-Dinitropropan 128
Zinkerze, Bestimmung von Germanium in Rohstoffen, Zwischen- und Endprodukten der Zinkerzaufarbeitung 235
Zink-Kupfererze, Bestimmung von Kupfer, Zink und Kobalt 444
Zinkoxinat, Fällung aus homogener Lösung 126
Zinksulfat, Bestimmung von Blei, Eisen und Kupfer 246
Zinkweiß, Bestimmung von Zink 42
Zinn, Reaktion mit Methylfluoron 183; Nachweis 123; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 121; Abtrennung der Radioisotopen 52; oscillopolarographischer Nachweis in Gemischen 375; maßanalytische Schnellbestimmung in Blei-Zinn-Lötmetall 214; Bestimmung in Zirkonium und seinen Legierungen 438; in Roheisen und Stahl 441; in Nickel 439; in Silicaten 224; in Wolframerzen 228; in Siliciumcarbid 440; Einfluß auf die Eignung eines Platinbades zur Bestimmung von Sauerstoff in Titan 437; Bestimmung von Blei neben Zinn in Bleilegierungen mit Zinn 214
Zinn-113,123, Abtrennung an Ionenaustauschern 52
Zinn-Blei-Lötmetall, Bestimmung von Zinn 214
Zinn-Lagermetall, Bestimmung von Eisen 214
Zinnlegierungen, Bestimmung von Kupfer und Blei 436
Zinnschichten, Messung auf Metallen 217
Zirkonium, Reaktion mit Methylfluoron 183; Bestimmung mit Methylthymolblau 49; Bestimmung mit o-Dihydroxychromenolen 49; Abtrennung 281; Analyse in Gemischen 451; Bestimmung in Wasser 431; in Uranlegierungen, die Spaltelemente enthalten 212; in Uran-Fissiumlegierungen 434; in Titan und Titanlegierungen mit Brenzcatechinviolett 215; in Rotschlamm 234; in reinen Säuren 237; Bestimmung von Wasserstoff 434; von Thorium neben Zirkonium 44; von Zinn und Blei 438; von Spuren Blei 438; von Hafnium 215; von

Sauerstoff 208; von gelöstem neben oxidisch gebundenem Sauerstoff 207; von Cr, Ni und Sn 438; von Rhodium neben Zirkonium 435
Zirkonium-95, Abtrennung 453; Analyse von Gemischen mit Niob-95 50
Zirkonium(IV), Bestimmung neben Uran(VI) mit Tartrazin 372
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Zink 433; Bestimmung von Zinn und Blei in Legierungen mit Cu und Mo 438; von Sauerstoff 208; von Cr, Ni und Sn 438
Zirkonyl-Alizarin-Chelatkomplex, zur Bestimmung von Fluorid 55
Zucker, Nachweis auf Papierchromatogrammen 296; qualitative und quantitative Bestimmung mit Hilfe der Kieselgelschichtchromatographie 427; Bestimmung durch Rücktitration gegen alkalische Kupferlösung 297; Bestimmung in Pflanzen 149; im Blut 76; in Blut und Urin 399; Bestimmung von Lactose 298; von Vanillin 168
Zuckerrübensaft, Entfernung der die Betainbestimmung störenden Ionen 312